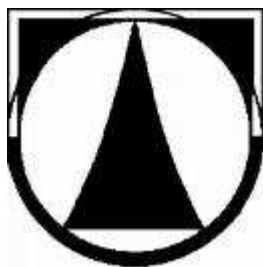


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Liberec 2009

MARTINA GROHMANNOVÁ

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA TEXTILNÍ

Studijní program: B3107 Textil

Studijní obor: Netkané textilie

Katedra netkaných textilií

Vývoj zařízení pro výrobu lineárních útvarů tvořených nanovláknů

Development of the equipment for the production of linear formation consisting of nanofibers

Autorka: Martina Grohmannová

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Ondřej Novák

Počet stran textu: 65

Počet obrázků: 34

Počet tabulek: 5

Počet příloh: 0

Prohlášení

Prohlašuji, že předložená bakalářská práce je původní a zpracovala jsem ji samostatně.

Prohlašuji, že citace použitých pramenů je úplná, že jsem v práci neporušila autorská práva (ve smyslu zákona č. 121/2000 Sb. O právu autorském a o právech souvisejících s právem autorským).

Souhlasím s umístěním bakalářské práce v Univerzitní knihovně TUL.

Byla jsem seznámena s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé bakalářské práce a prohlašuji, že **s o u h l a s í m** s případným užitím mé bakalářské práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědoma toho, že užít své bakalářské práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

V Liberci, dne 5. ledna 2009

.....

Podpis

Poděkování

Velmi ráda bych touto cestou poděkovala všem, kteří mi pomohli při vypracování této bakalářské práce.

Především bych ráda poděkovala vedoucímu bakalářské práce Ing. Novákovi za jeho vedení a odborné rady a Ing. Pavlovi Pokornému za sestrojení navrženého zařízení v poloprovozu na KTN.

Dále bych chtěla poděkovat své rodině a mému příteli, kteří mi byli v době studia oporou a měli se mnou trpělivost.

Anotace

Tato práce se zabývá vývojem zařízení pro výrobu lineárních útvarů tvořených nanovláknem.

V první části jsou popsány teoretické poznatky vztahující se ke zpracovávané problematice. Tedy poznatky k teorii přípravy nanovláken metodou elektrostatického zvlákňování, jejich vlastnostem a způsobu jejich samotné výroby. Dále obsahuje popisy jednotlivých metod včetně typů zařízení, která jsou při nich používána.

Navazující experimentální část, která z teoretických poznatků vychází, se zabývá vývojem vhodného zařízení pro kontinuální produkci nanovláknenné vrstvy, a to bez použití plošné protielektrody. Jedná se především o vývoj kolektoru v podobě lineární protielektrody a testování dalších pomocných materiálů pro snazší a efektivnější produkci nanovláknenné vrstvy a její zpracování na lineární útvar. Dalším úkolem je navrhnout jeho případná zlepšení.

Klíčová slova:

Nanovláknem, elektrostatické zvlákňování, nanovláknenná příze, vodící elektroda, zvlákňovací elektroda.

Annotation

This work deals with the development of a device for the production of linear units made of nanofiber.

Theoretical pieces of knowledge with regard to the issue being processed are described in the first section, i.e. theory of nanofiber preparation in the way of electrostatic spinning, properties of nanofiber, possibilities and way of the respective production. Further there are given descriptions of particular methods including types of devices which are used with them.

The following experimental section arising from the theoretical knowledge deals with the development of a suitable device for the continuous production of a layer made of nanofibers without using a plane counterelectrode. Above all, it is the development of a collector in the form of the linear counterelectrode and testing other auxiliary materials for an easier and more effective production of nanofiber layer and its processing into a linear unit. The next task is to propose prospective improvements.

Key Words:

Nanofiber, electrostatic spinning, nanofiber yarn, conducting electrode, capillary tube.

Seznam symbolů a zkratek

apod.	a podobně
atd.	a tak dále
FESEM	oblasti emisí skenovaných mikroskopů
g	gram
H ₂ O	voda
H ₃ PO ₄	kyselina fosforečná
hod.	hodina
Hz	hertz
kap.	kapitola
kV	kilovolt
l	litr
m	metr
min.	minuta
mm	milimetr
NaCl	chlorid sodný
Nm	nanometr
např.	na příklad
NT	netkané textilie
obr.	obrázek
PE	polyethylen
popř.	popřípadě
PTFE	polytetrafluorethylen
PVA	polyvinylalkohol
PVC	polyvinylchlorid
s	sekunda
SEM	skenovací elektronový mikroskop
tab.	tabulka
TEM	přenos elektronovým mikroskopem
tj.	to jest
TUL	Technická univerzita v Liberci
tzv.	tak zvaný
V	volt

viz

pohlédni

OBSAH:

1	ÚVOD.....	10
2	TEORETICKÁ ČÁST.....	12
2.1	Nanotechnologie	12
2.1.1	Využití nanotechnologie a nanomateriálů.....	12
2.1.2	Nanovlákná	13
2.1.2.1	Vlastnosti nanovláken	13
2.2	Elektrostatické zvlákňování.....	15
2.2.1	Princip procesu	16
2.2.2	Nanospider	17
2.3	Výroba lineárních útvarů z nanovláken	19
2.3.1	Příprava přízí z nanovláken	21
3.1.2.1	Systémy využívající pevný kolektor.....	22
3.1.2.2	Systémy využívající kapalný kolektor.....	25
3.1.2.3	Další způsoby produkce nanovlákených přízí.....	29
2.3.2	Nanovlákené příze zpevněné zákrutem	30
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	32
3.1	Cíl experimentu.....	32
3.2	Použitá zařízení	32
3.2.1	Zařízení pro produkci nanovlákených útvarů	33
3.2.2	Poloprovozní zařízení pro výrobu nanovlákených vrstev.....	35
3.3	Výběr vhodného materiálu pro konstrukci protielektrody.....	35
3.3.1	Profilované měděné pásky	36
3.3.1.1	Prostředky pro usnadnění snímání nanovlákené vrstvy	39
3.3.2	Rotační hrotová elektroda	42
3.3.3	Lineární elektroda	44
3.4	Pomocný podkladový materiál	46

3.1.1	Fólie	46
4.1.3.1	Postup zvlákňování na fólie na sestrojeném zařízení	47
4.1.3.2	Postup zvlákňování na fólie na poloprovozním zařízení.....	48
4.1.3.3	Prostředky pro zvýšení povrchové vodivosti.....	52
3.1.2	Textilní materiály potažené vrstvou PTFE	55
4.2.3.1	Textilní vzorečky potažené vrstvou PTFE.....	55
4.2.3.2	Textilní pásy potažené vrstvou PTFE.....	56
4	DISKUSE	60
5	ZÁVĚR	63
	POUŽITÁ LITERATURA	64

1 Úvod

V dnešní době levné pracovní síly z východu využívané i v textilním průmyslu jsou moderní technologie jedinou možností, jak udržet konkurenceschopnost evropské i české textilní výroby. Produkce a zpracování nanovláken je jedním z progresivních oborů, který by mohl v budoucnu zajistit vzkříšení textilního odvětví v České republice. Bude však zřejmě nutné vyvinout jednodušší a levnější technologie jak pro jejich výrobu, tak následné využití.

První vize nanotechnologií se objevily na sklonku dvacátých let minulého století ve Spojených státech amerických. K masovému využití technologie v průmyslové výrobě však vzhledem k její nízké produktivitě nedošlo. Zvrat v této oblasti byl zaznamenán až na přelomu století, kdy na Technické univerzitě v Liberci vznikla technologie umožňující elektrostatické zvlákňování s podstatně vyšší produktivitou. Studium v prostředí TUL je tedy vhodnou příležitostí k seznámení s touto tematikou.

Není tomu tak dávno, co se podařilo vyvinout technologii a sestavit stroj, který dokáže v průmyslovém měřítku vyrábět to, co bylo doposud možné pouze v laboratořích a malém množství – netkané nanovláknenné textilie. Od tohoto objevu se nanovláknena pomalu dostávají do širšího povědomí i mezi laickou veřejností.

Progresivní oblast nanovláken, zejména pak metody a zařízení vhodná pro kontinuální produkci jímí tvořených lineárních útvarů, byla zvolena za téma této závěrečné práce. Jejím cílem je na základě teoretických poznatků o jednotlivých způsobech výroby nanovláken vyvinout takové zařízení, které by umožňovalo produkci plošného nanovláknenného útvaru a nalézt takový materiál, ze kterého bude možné tuto vrstvu kontinuálně snímat za účelem následného zpracování do lineární podoby - příze.

Tato bakalářská práce bude rozdělena do dvou stěžejních částí. V té první, teoretické, budou zjišťovány jednotlivé dosud známé metody elektrostatického zvlákňování a popsány konkrétní postupy. Mezi těmito popsánymi způsoby budou následně hledány techniky a jejich různé modifikace, které by mohly být využitelné k dosažení produkce souvislé nanovláknenné vrstvy.

Podstatou této části tedy bude se v dostatečném rozsahu seznámit s elektrostatickým zvlákňováním a zejména naučit se zvlákňovat souvislý plošný útvar v podobě nanovláknenné vrstvy a následně jej zpracovat do útvaru lineárního. Tato analýza bude dále doplněna pojednáním o nanovlákních jako takových, o jejich historii i současných trendech a o využití nanovláken.

Druhá část práce bude spočívat v praktickém využití získaných poznatků pro sestavení, testování a vývoj zařízení, které by umožňovalo kontinuální produkci nanovláknenné vrstvy.

2 Teoretická část

Netkané textilie zahrnují široké spektrum technologií a produktů, což je důvod, proč není možné stanovit jejich přesnou definici, která se neustále vyvíjí. V současné době je netkaná textilie definována jako vrstva vyrobená z vláken náhodně nebo jednostranně orientovaných, která jsou vzájemně spojena několika způsoby: jedná se o spojení kohezí a/nebo třením a/nebo adhezí; s výjimkou papíru a výrobků zpracovaných z příze (např. produkty vyrobené tkaním, proplétáním a plstěním, vsíváním a/nebo pletením) [12].

Do tohoto širokého spektra technologií lze řadit i elektrostatické zvlákňování (electrospinning) používané jak pro výrobu plošného, tak i pro produkci lineárního útvaru nanovláken [12].

2.1 Nanotechnologie

Nanotechnologie se řadí k jednomu z nejčastěji diskutovaných technologií současnosti. Obecně se označuje jako vědní obor výzkumu a vývoje zabývající se vytvářením a využíváním struktury nebo částic materiálů v měřítku cca 1nm až 100nm, jinak také 10^{-9} m (miliardtiny metru), což je přibližně tisícina průměru lidského vlasu [4].

Cílem nanotechnologie je přesné ovládání jednotlivých atomů a molekul tak, aby vznikl objekt a/nebo struktura s novými vlastnostmi (např. elektronickými, optickými, fyzikálními, apod.), které lze pochopit a využít [4].

2.1.1 Využití nanotechnologie a nanomateriálů

Využití nanotechnologie a nanomateriálů je velmi rozsáhlé a v současnosti tento obor nalézá uplatnění v oblastech běžného života.

1. Elektronika (bioelektronika, kvantová elektronika, paměťová média).

2. Strojírenství (super-tvrdé povrchy s nízkým třením, obráběcí nástroje, samočisticí laky odolné proti poškrábání).
3. Textilní průmysl (nemačkové hydrofobní a nešpinící se textilie).
4. Chemický průmysl (nanokompozity, selektivní katalýza, kosmetické krémy a laky s UV filtrem).
5. Stavebnictví (nové izolační materiály, antiadhezní obklady, samočisticí fasádní materiály).
6. Zdravotnictví (cílený transport léčiv, umělé klouby, umělé chlopně, náhrada tkáně, ochranné roušky, desinfekční roztoky).
7. Elektrotechnický průmysl (fotomateriály, palivové články, vysokokapacitní záznamová média).
8. Vojenský průmysl (konstrukční prvky raketoplánu, nanosenzory).
9. Automobilový průmysl (filtry čelních skel, nesmáčivé povrchy).
10. Optický průmysl (integrovaná optika, optické filtry, fotonické krystaly a fotonická vlákna).
11. Životní prostředí (biodegradace, odstraňování nečistot) [9].

2.1.2 Nanovláknna

Jsou to výrobky, na které se používá surovina v podobě přírodních nebo syntetických polymerů a které spadají do segmentu netkaných textilií. Jedná se o vlákna, jejichž průměr se pohybuje v rozsahu menším než $1\mu\text{m} = 1000\text{ nm}$ (nanometrů) [3].

1.2.2.1 Vlastnosti nanovláken

Velmi jemná vlákna se vyznačují několika níže uvedenými charakteristickými vlastnostmi.

1. Obrovský měrný povrch
2. Výrazná pórovitost a malé rozměry pórů
3. Průměr nanovláken: 50 - 500 nm

4. Plošná hmotnost: 0,05 - 5 g/m²
5. Transparentnost [6]
6. Geometrické vlastnosti nanovláken
 - Struktura nanovláken
 - Průměr nanovláken
 - Orientace nanovláken
 - Distribuce nanovláken
7. Vynikající mechanické vlastnosti v poměru k jejich váze

Zkoumání geometrických vlastností nanovláken je prováděno za pomoci elektronických mikroskopů SEM (scanning electron microscopy), FESEM (field emission scanning microscopy), TEM (transmission electron microscopy) a AFM (atomic force microscopy) [2].

V současné době neexistuje zařízení, které by bylo schopné stanovit mechanické vlastnosti pro jednotlivá nanovlákná. Z důvodu malých rozměrů jsou jejich mechanické vlastnosti popisovány ve velmi omezeném rozsahu. Aby bylo možné provést vůbec nějaká měření, je zkoumání mechanických vlastností prováděno na membránách vyrobených z nanovláken [10].

Nanovláknenné membrány vyrobené pomocí statického plošného kolektoru se při takových zkouškách chovají jako izotropní. Oproti tomu vrstvy tvořené na rotačním válcovém kolektoru mají při měření v různých směrech odlišné mechanické vlastnosti, chovají se tedy anizotropně [13].

Mechanické vlastnosti nanovláken a jejich chování při zkouškách závisí na orientaci jednotlivých vláken v dané vrstvě, na druhu a velikosti kolektoru (případně rychlosti povrchu válcového kolektoru), ale i na dalších parametrech elektrostatického zvlákňování jako je např. vzdálenost elektrod, či hodnoty proudu a vysokého napětí [9].

Nanovláknna lze vyrobit několika způsoby, mezi něž patří:

1. dloužení
2. podložková syntéza
3. fázová separace
4. samo-organizování
5. elektrostatické zvlákňování [14].

Pro experimentální část této práce byla využita jedna z výše uvedených metod, konkrétně elektrostatické zvlákňování (electrospinning). Tato metoda je vhodná k využití v masové produkci jednotlivých kontinuálních nanovláken.

2.2 Elektrostatické zvlákňování

Je to proces využívající elektrostatických sil k vytváření jemných vláken z polymerního roztoku nebo taveniny.

Vývoj zařízení pro electrospinning se datuje již od roku 1934, kdy Anton Formhals publikoval sérii patentů. Formhals použil polymerní roztok (acetát celulózy) a ten zavedl do elektrického pole. Polymerní roztok se poprvé zvláknil za pomoci zvlákňovací trysky, která byla umístěna mezi dvěma elektrodami opačné polarity. Takto vznikly jemné filameny, které se zachytily na uzemněném kolektoru.

V roce 1952 se o vynález přístroje pro elektrostatické rozprašování zasloužili Vonnegut a Neubauer. Tento jejich přístroj byl schopen vyrábět proudy vysoce elektrizovaných jednotných kapiček o průměru cca 0,1 mm. Dále se elektrostatickým zvlákňováním zabýval v roce 1955 Drozin, v roce 1966 pak Simon a po nich ještě další [14].

2.1.1 Princip procesu

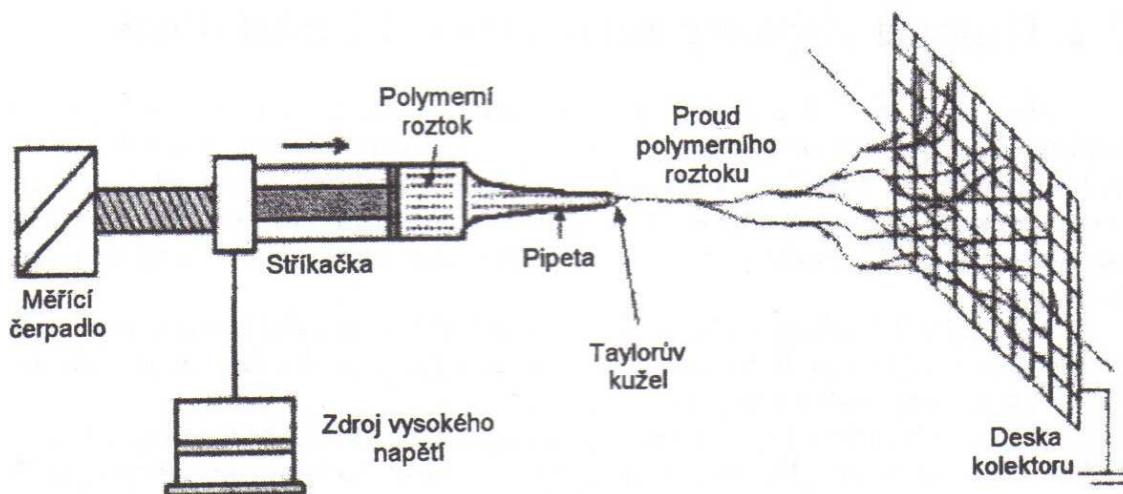
Elektrostatické zvlákňování je přímá metoda pro výrobu nanovláken obr. 2. Při této metodě je využito vysoké napětí k vytvoření elektricky nabitého proudu polymerního roztoku nebo taveniny. Ty jsou přímo spojeny s elektrodou vysokého napětí. Na špičce spodní elektrody vzniká tzv. Taylorův kužel, z kterého jsou produkována submikronová vlákna. To je způsobeno vysokým elektrickým napětím mezi špičkou spodní elektrody a uzemněným kolektorem. Taylorův kužel se tvoří na výstupu ze zvlákňovací trysky a je výsledkem relaxace indukovaného náboje k volnému povrchu kapaliny. Následuje vytlačování nabitě kapaliny. Po odpaření rozpouštědla vlákna ztuhnou a vytvoří na povrchu kolektoru vrstvu ve formě netkané textilie [14].

V důsledku přítomnosti elektrického pole mezi kolektorem a zvlákňovací elektrodou je na povrchu kapaliny indukován elektrický náboj. Vzájemná odpudivost nábojů a stažení povrchových nábojů k opačné elektrodě způsobí sílu opačnou povrchovému napětí. Jak intenzita elektrického pole roste, dochází k prodlužování kapaliny na špičce trysky, až dojde k vytvoření kuželovitého tvaru známého jako Taylorův kužel obr. 1.



Obr. 1 Taylorův kužel

Dalším zvýšením intenzity elektrického pole je dosaženo kritické hodnoty, při které odpudivá síla překoná povrchové napětí a ze špičky Taylorova kuželu je vypuzen nabitý proud kapaliny. Než se dostane ke kolektoru, stává se vytékající proud polymerního roztoku za určitých podmínek nestabilním. Proces prodlužování způsobí, že se proud stane velmi dlouhým a tenkým, po odpaření rozpouštědla po sobě zanechá nabitě polymerní vlákno. V případě použití polymerní taveniny dojde k jejímu ztuhnutí ochlazením pod teplotu tání [14].



Obr. 2 Schéma elektrostatického zvlákňování [9]

Na obrázku 2 je uvedeno schéma principu elektrostatického zvlákňování, jehož součástí je stříkačka s pipetou, která generuje konstantní tlak a tok taveniny skrz pipetu. Ta je připojena ke zdroji vysokého napětí a dále je použit uzemněný kolektor. Nastavením intenzity elektrického pole a toku taveniny lze ovládat podmínky zvlákňování [10].

2.1.2 Nanospider

Nanospider je patentovaná technologie umožňující výrobu netkaných textilií – nanovláken – v průmyslovém měřítku. Tato technologie byla vyvinuta na Technické univerzitě v Liberci (TUL) na katedře netkaných textilií ve spolupráci se společností Elmarco s.r.o., která má výhradní licenci pro globální rozvoj Nanospider technologie. Tento postup se podařilo provozovat nejen na laboratorním zařízení určeném pro elektrostatické zvlákňování v rámci fáze výzkumu a vývoje této technologie, ale významným krokem bylo zprovoznění výborní linky pracující v šířkách 1 a 1,6 m. Společnost Elmarco s.r.o. vyvinula i další varianty Nanospider. Všechny tyto nové elektrosinning metody jsou průběžně patentovány [5].

Nanospider je modifikovaný způsob přípravy nanovláken a nanovlákných vrstev metodou elektrostatického zvlákňování polymerních roztoků. Na rozdíl od ostatních metod nepoužívá technologie Nanospider žádných trysek ani spodních

elektrod. Pro tvorbu nanovláken slouží rotující válec částečně ponořený v polymerním roztoku [6].

Válec se otáčí kolem své osy a přitom se na jeho povrchu vytváří jemný film polymerního roztoku. V horní úvratí rotačního pohybu válce, což je současně místo s nejkratší vzdáleností od kolektoru – protielektrody, se v důsledku maximální intenzity elektrického pole začnou vytvářet mnohačetná ohniska Taylorových kuželů, která následně vyústí v proces elektrostatického zvlákňování (viz obr 3).



Obr. 3 Tvorba nanovláken na válečku - zařízení Nanospider [5]

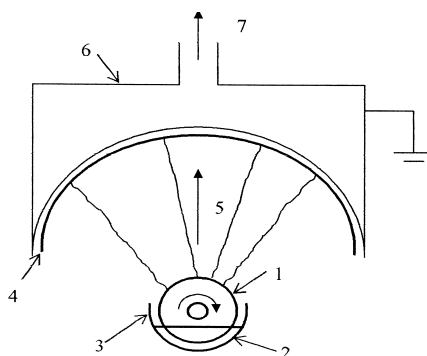
Následný proud hmoty je možné vytvořit nejen z vrcholu spodní elektrody (tyčky), ale také z kapky umístěné na tyčce či z tenké vrstvy roztoku vzniklé na rotujícím válečku. Tím je dosaženo vysoké výrobní kapacity zvlákňovací hlavy Nanospideru. Proudly polymerního roztoku jsou posléze na základě obecného principu zbaveny rozpouštědla a stávají se pevnými nanovlákný těsně před tím, než dosáhnou kolektoru.

Možnosti technologie:

1. použití širokého spektra polymerních roztoků,
2. materiál s různými vrstvami nanovláken, které mají různé parametry a odlišné vlastnosti,
3. vrstvy s nanovlákný s různými plošnými hmotnostmi a objemovými hustotami,
4. použití různých podkladových (nosných) materiálů [8].

Výhody Nanospider:

1. vysoká výrobní kapacita (použitelnou pracovní šíří, počtem zvlákňovacích hlav, lineární produkční rychlostí, požadovanou hmotností nanovláknenné vrstvy),
2. kvalita nanovláknenné vrstvy,
3. jednoduchá údržba a energeticky efektivní výroba.



Obr. 4 Schéma zařízení Nanospider [18]

1 - otáčivý kovový válec spojený se zdrojem napětí, 2 - zvlákňovaný roztok, 3 - zásobní nádoba, 4 - nosná vrstva, 5 – směr tvorby nanovláken, 6 – uzemněná sběrná clona, 7- odsávání vzduchu

Na zařízení (viz obr. 4) se průměr vyrobených nanovláken pohybuje mezi 100 až 300 nm. Plošné hmotnosti nanovláknenných vrstev nanesených na podkladové textilie jsou 1 - 5 g.m⁻² [18].

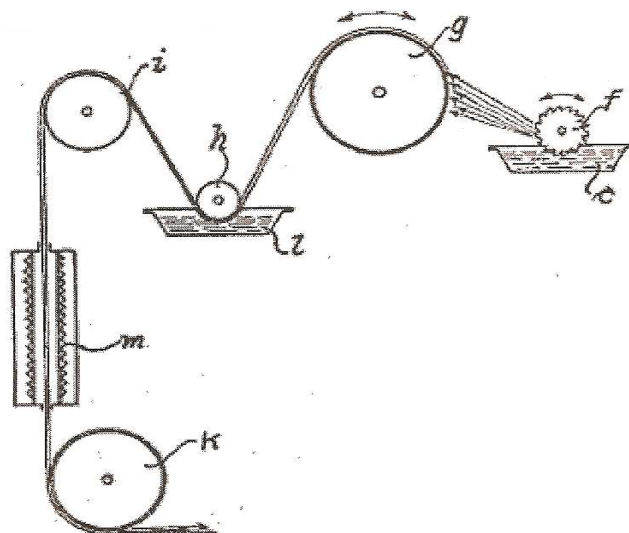
2.3 Výroba lineárních útvarů z nanovláken

Následné zpracování vláken vyprodukovaných elektrostatickým zvlákňováním představuje značný problém. Je to dáno jejich nedostačující pevností, která je nutná ke zpracování tradičními textilními technikami. Tento fakt vedl ke snaze získat přízi z nanovláken, která utváří pouze spleť urovnaných či náhodně orientovaných vláken o struktuře, která je odlišná od struktur většinou tvořených metodami elektrostatického zvlákňování.

V současnosti existuje několik metod, kterými je možné takovéto příze úspěšně formovat. Tato oblast se neustále vyvíjí.

Vůbec prvním, kdo se problematikou tvorby přízí z nanovláken zabýval, byl v letech 1934 až 1944 Němec Anton Formhals, který ke svým pokusům použil polymerní roztok acetátu celulózy. Mezi dvěma elektrodami opačné polaroty tak poprvé zvláknil polymerní roztok do jemných filamentů a zachytil je na uzemněném kolektoru. Formhals publikoval sérii patentů popisujících experimentální zařízení pro produkci polymerních vláken s použitím elektrostatické síly [14].

Jeden z těchto patentů uvádí popis teoretické metody pro výrobu přízí. Polymerní roztok je zvlákňován v elektrostatickém poli vytvářeném dvěma elektrodami v podobě ozubeného kola a obruče. Působením vysokého napětí jsou produkována jemná vlákna z hrotů ozubeného kola, která jsou zachycena obručí. Z důvodu navázání vzniklého svazku vláken je nezbytné provést zastavení zařízení. Svazek vláken na obruči je rozčleněn a navázán na pomocnou přízi, která slouží k jejímu navedení do dalších částí zařízení. Ozubené kolečko je následně uvedeno v činnost a obruč je roztočena shodnou rychlostí jakou se odvádí svazek nanovláken ze zvlákňovacího prostoru. Otáčení obruče současně zajišťuje zákrut vláken. Vyrobená příze je dále vedena vymývacím zařízením a následně přivedena do prostoru, kde je zajištěno sušení a dlužení. Na obr. 5 je znázorněné schéma principu elektrostatického zvlákňování podle A. Formhalse [15].



Obr. 5 Schéma zařízení na zvlákňování polymerního roztoku v elektrostatickém poli podle A. Formhalse, které se skládá z: c - nádoby (kádě); f - ozubeného kola; g - vodivé obruče; l, h - vymývacího zařízení; i - kladky a m, k - sušícího a dlužícího zařízení [15]

2.1.1 Příprava přízí z nanovláken

Technologie výroby přízí z nanovláken se člení do dvou základních skupin, a to na základě používaného kolektoru (sběrače), který může být pevný či kapalný. Obecně jsou parametry ovlivňující formování a morfologii vláken u pevného i kapalného kolektoru shodné nebo podobné.

Pro tyto typy kolektorových systémů se dají zobecnit i některé další trendy pozorované u vláken připravených metodou elektrostatického zvlákňování. Jedná se o zpozorovaný jev, že průměry vláken vzrůstají s rostoucí koncentrací zvlákňovaného polymerního roztoku. Pro obě technologie je společný i výskyt „koráلكových“ útvarů na povrchu vláken, který se právě s rostoucí koncentrací polymerního roztoku snižuje, či dokonce zcela vymizí. Naopak hlavním rozdílem těchto uvedených systémů je možnost manipulace s ukládanou vrstvou a tvorbou požadované vláknenné struktury, což umožňuje právě použití kapalného kolektoru. Zatímco u pevných kolektorů je modifikace vláknenné struktury bez poškození vláken téměř nemožná, u kapalného systému je bez problémů možné ukládaná vlákna zformovat a transportovat.

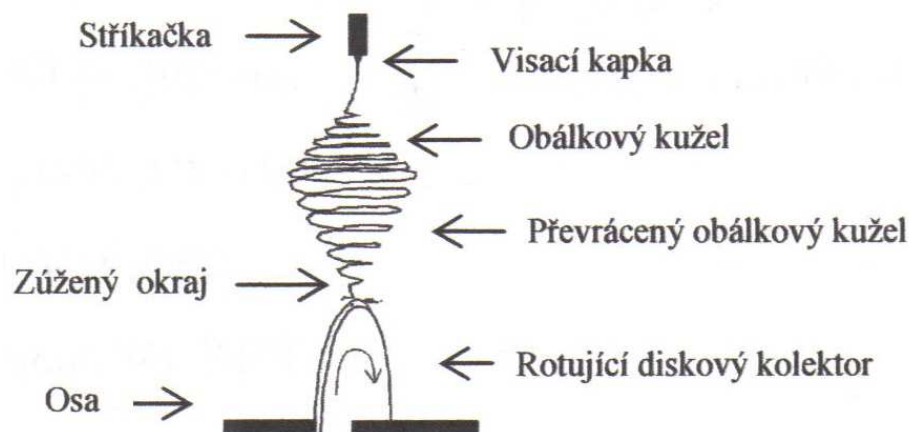
Důležitým parametrem při zvlákňování na kapalný kolektor je jeho schopnost rozpouštět použitý polymer. Jedná-li se o kapalinu, která není pro zvlákňovaný polymer rozpouštědlem - např. voda, je výhodou kolektoru koagulace vláken, a to především, pokud je použité rozpouštědlo jen málo těkavé.

Výzkumy vlivu povrchového napětí a vodivosti použité lázně na proces produkce nanovlákně příze prokázaly, že přidavek soli (NaCl) pro zvýšení vodivosti, či detergentu za účelem snížení povrchového napětí do destilované vodní lázně vede k ponoření vláken, které má za následek zvýšení tahové síly působící na odváděnou přízi. A toto zvýšené namáhání vláken způsobuje potíže při získávání kontinuální nanovlákně příze [15].

3.1.2.1 Systémy využívající pevný kolektor

Zvlákňování na diskový kolektor se zúženým okrajem

Zvlákňovací zařízení se zúženým okrajem kolektoru je zobrazeno a popsáno na obr. 6. Polymerní roztok je v tomto uspořádání vytlačován skrz zvlákňovací jehlu připojenou ke zdroji vysokého napětí. Proud nanovláken je následně přitahován k uzemněnému rotačnímu zúženému kolektoru. Zúžený okraj tohoto kolektoru značně soustřeďuje elektrostatické pole. Produkovaná nanovlákná jsou proto přitahována k okraji vřetena, na který se díky jeho rotačnímu pohybu usazují a získávají tak příslušnou orientaci ve směru rotace.



Obr. 6 Schéma zařízení pro zvlákňování na diskový kolektor se zúženým okrajem[11]

Nanovlákná si před dosažením uzemněného kolektoru udržují dostatečný zbytkový náboj, aby se navzájem odpuzovala. To ovlivňuje morfologii ukládaných vláken. Jakmile je jednou nanovláknem naneseno na špičce kolektoru, odpudí další vlákno přitahované ke špičce. Odpuzení jednoho vlákna od druhého má za následek odloučení mezi uloženými nanovláknem. Vzdálenosti mezi jednotlivými nanovláknem nanesenými na špičku kolektoru se pohybují v rozmezí 1 – 2 μm . Na obr. 7 jsou znázorněna vlákna získaná touto metodou. Sběr vláken byl proveden lineární rychlostí 22 m/s na špičce pevného kolektoru, čemuž odpovídá úhlová rychlost 1070 otáček za minutu [11].



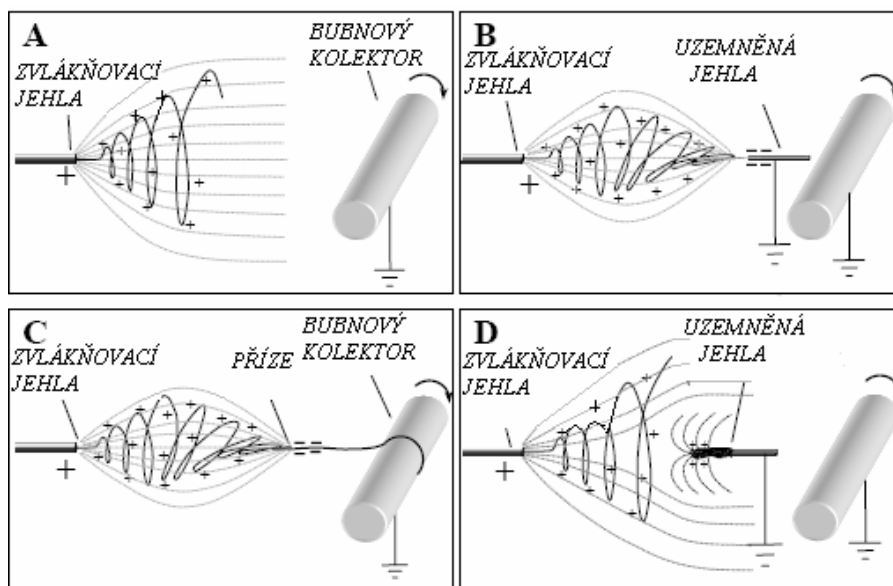
Obr. 7 Paralelně urovnaná PEO vlákna[11]

Produkce nanovláknenné příze „samosvazkováním“

Zařízení na výrobu nanovláknenné příze „samosvazkováním“ se skládá ze tří základních součástí, ze zdroje vysokého napětí, ze zvlákňovací jehly a z uzemněného kolektoru. Kromě toho je zařízení doplněno i o uzemněnou kovovou jehlu, která slouží k iniciaci procesu „samosvazkování“ a k navedení svazku vláken na povrch rotačního kolektoru. Působením elektrického pole mění kapka polymerního roztoku utvořená na špičce zvlákňovací jehly svůj tvar na tzv. Taylorův kužel. Jakmile náboj akumulovaný na povrchu kapky překoná povrchové napětí, proud polymerního roztoku vytryskne z jejího povrchu viz obr. 8 a).

Tento pozitivně nabitý výtrysk se začíná protahovat a větvit směrem k uzemněnému kolektoru. V té chvíli je uzemněná kovová jehla vykývnuta směrem k zvlákňovací jehle a na jejím povrchu je vytvořen záporný náboj. Následkem toho dochází ke změně formy elektrostatického pole. Jakmile se uzemněná jehla přiblíží k polymernímu proudu roztoku, začne se tento proud soustředně sbíhat k její špičce a následně na ni usazovat.

Usazením vláken a formací jimi tvořené příze na špičce uzemněné jehly dochází ke změně náboje v přízi a následně ukládaná vlákna již nepokračují až ke špičce jehly, ale ukládají se na volném konci uzemněné příze viz obr. 8 b). Díky přítomnosti zbytků rozpouštědla uvnitř vláken je jimi tvořená příze vodivá, což umožňuje odstranění kladného náboje z vláken. Díky tomu může probíhat připojování dalších vláken na volný konec příze - „samosvazkování“. Následně je jehla nesoucí „samosvazkující“ přízi vykývnuta směrem k rotačnímu uzemněnému bubnovému kolektoru. Tímto pohybem je na něj příze navedena viz obr. 8 c) a proces výroby nanovláknenné příze se tak stává zcela kontinuálním. Parametry ovlivňující proces „samosvazkování“ jsou rychlost otáčení bubnového kolektoru, použité napětí, vlhkost vzduchu a vodivost polymerního roztoku. Při nízké hodnotě vodivosti může na uzemněné jehle docházet k tvorbě vrstvy nevodivých vláken, která není dostatečně silná, aby došlo k izolaci špičky jehly a tím i příze. Následně dochází k narušení celého procesu tak, jak je zobrazeno na obr. 8 d) [15].



Obr. 8 Schémata popisující individuální kroky procesu „samosvazkování“ [15]

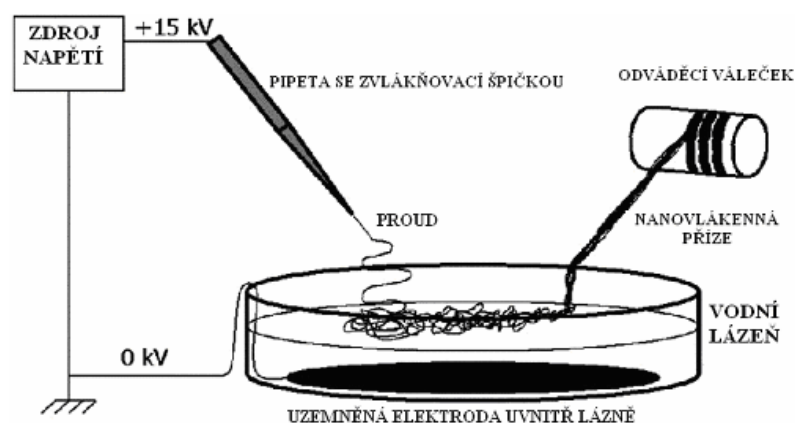
3.1.2.2 Systémy využívající kapalný kolektor

Tekutý systém pro tvorbu kontinuální příze

Tento postup se zabývá tvorbou souvislých přízí získaných elektrostatickým zvlákňováním na vodní hladinu. Proces se skládá ze samotného zvlákňování na vodní hladinu, protahování vzniklých vláken a jejich odtahu při současném formování výsledné příze. Polymerní roztok je umístěn ve skleněné pipetě a spádově odváděn skrz její špičku. Použitá pipeta má délku 150 mm a je na ni nasazena PP špička o objemu 200 μl a se zkosením 10° . Tato špička redukuje průměr otvoru spodní elektrody (tyčky) až na 0,5 mm a je umístěna 200 mm nad povrchem kolektoru. Do zvlákňovacího polymerního roztoku je umístěna měděná drátová elektroda. Rychlost protékání polymerního roztoku činí při zmíněném průměru 1 ml/hod. Kapalný kolektor se skládá z lázně destilované vody umístěné do skleněné Petriho misky o průměru 150 mm a výšce 15 mm. Do této lázně je umístěn okrouhlý kovový plíšek o průměru 140 mm a tloušťce 0,42 mm, který je propojený s uzemněnou elektrodou pomocí jemného měděného drátu vedeného přes okraj misky. Takto uzemněný plíšek je ponořen do destilované vody, jejíž hloubka v nádobce může dosahovat až 5-ti mm. Součástí zařízení

(viz obr. 9) je také odváděcí váleček, na který je zformovaná nanovláknenná příze navíjena.

Proces výroby příze se zde skládá ze tří fází. V první fázi se na povrchu vodní lázně tvoří plochá vrstva z náhodně orientovaných vláken. V druhé fázi jsou vlákna tažena přes nebo skrz vodní lázeň, vrstva je protahována a dochází k urovnávání vláken. Ve třetí fázi je vláknenná vrstva odtahována z vodní hladiny do vzduchu. Povrchové napětí vody přetrvávající v odtahované vrstvě tlačí její vlákna k sobě a formuje trojrozměrnou okrouhlou vláknennou strukturu. Takto utvářená nanovláknenná příze je navíjena na poháněný odváděcí váleček rychlostí 0,05 m/s. Na povrch tohoto válečku musí být přivedena ručně, pomocí skleněné tyčinky [16].



Obr. 9 Schéma zařízení pro kontinuální výrobu nanovláknenných přízí elektrostatickým zvlákňováním na vodní hladinu [16]

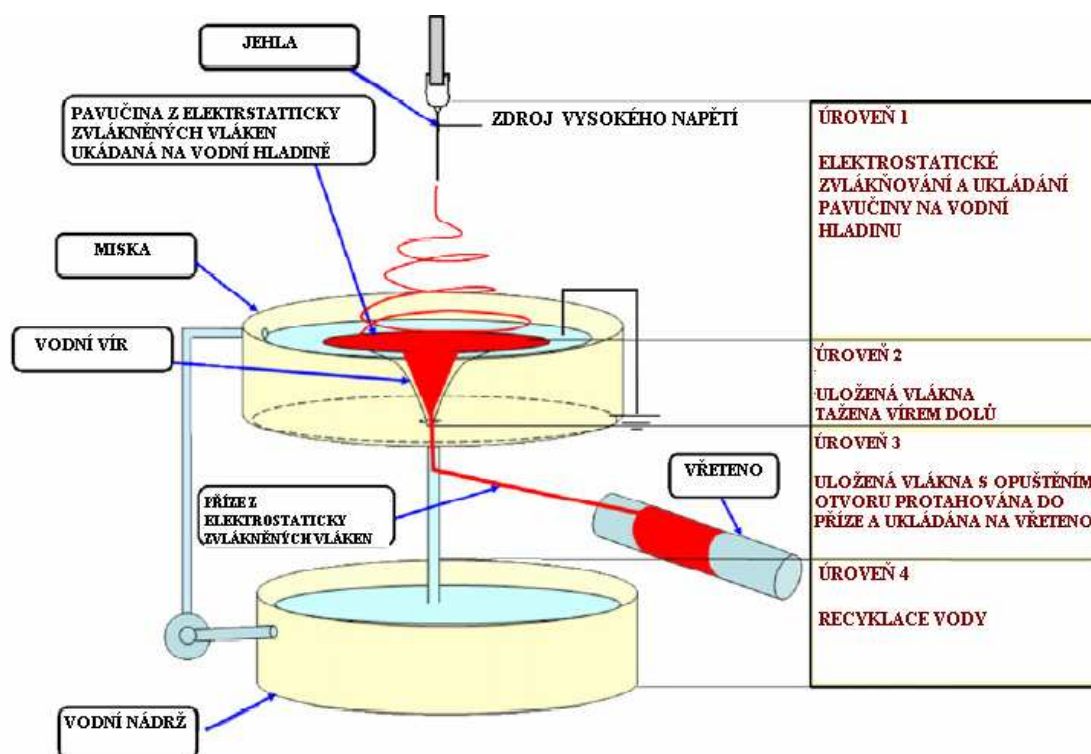
Dynamický tekutý systém pro produkci nanovláknenné příze

Další způsob produkce nanovláknenné příze je ukládání na kapalný kolektor, kde je využito pohyblivé hladiny kolektoru.

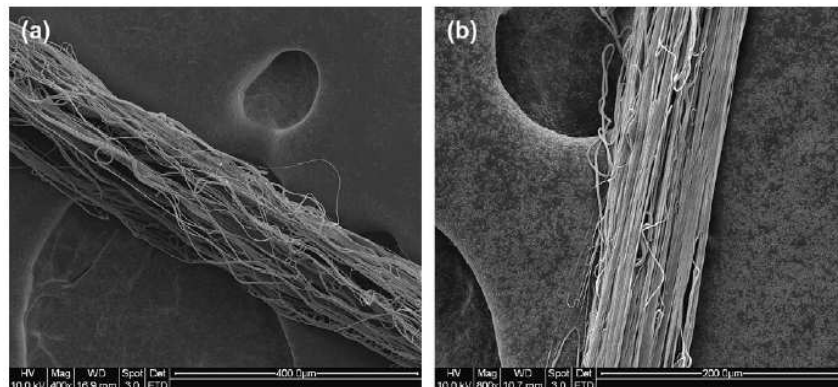
Pohyb kapaliny může být využit jako nástroj pro manipulaci s nanovláknem. Její vlastnosti jako jsou povrchové napětí, viskozita, vlastnosti rozhraní a vzájemné hydrodynamické interakce se dají využít k řízenému pohybu nanovláknenných vrstev.

Zařízení zmíněné v předchozí kapitole je doplněno o vodní vír, který napomáhá formování nanovláknenné příze. Výhodou je také vyšší rychlost oproti zařízení předchozímu, a to až na $60 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$.

Toto zařízení, které je zobrazeno na obr. 10, se skládá ze zvlákňovací jehly s přívodem polymerního roztoku, k níž je připojen zdroj vysokého napětí, a dále ze spodní nádrže a svrchní misky. Ty jsou vzájemně propojeny přečerpávacím potrubím, které se využívá k cirkulaci kapaliny ze spodní nádrže zpět do svrchní misky. Tím se udržuje vodní hladina ve zmíněné misce v konstantní výšce. Výše umístěná nádoba je na dně opatřena otvorem o průměru 5 mm, skrz který prochází kapalina a formuje tak vodní vír. Do svrchní misky je také umístěn drát za účelem odstranění zbytkového náboje z vodní hladiny. Součástí tohoto zařízení je také otočné vřeteno sloužící ke sběru výsledné příze a jejímu odtahu od dna misky. V procesu elektrostatického zvlákňování jsou nanovláknena ukládána na vodní hladinu. Následkem přítomnosti vodního víru jsou vlákna ležící blízko k jeho okraji strhávána padající vodou skrz otvor ve dně misky a formována do souběžných svazků a tvoří tak kontinuální přízi. Příze je ručně přivedena z vodního proudu na otočné vřeteno a tím je zahájen proces odtahu příze. V tomto stádiu se celý proces stává zcela kontinuálním. Výsledná příze navíjená na vřeteno je tvořena výrazně urovnanými vlákny. Vlákna jsou výrazně orientována díky víru, kterým se vlákna proplétají, čímž jsou protahována a slučována ve směru vodního toku a následně jsou protahována odtahem na vzduchu. Takovéto protahování a jeho míra má na usazování jednotlivých vláken v přízi zásadní vliv, což je z obr. 11 patrné [17].



Obr. 10 Schéma zařízení pro tvorbu nanovláknenné příze s využitím vodního víru [15]



Obr. 11 SEM snímky zvlákněných přízí

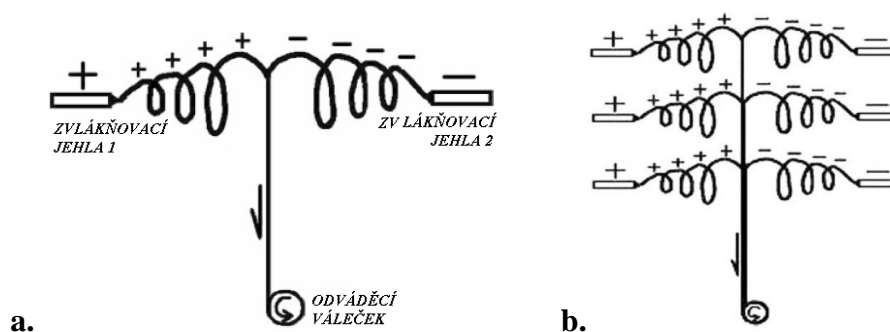
a. bez protahování na vzduchu;

b. s použitím protahování na vzduchu [17], [15]

3.1.2.3 Další způsoby produkce nanovláknenných přízí

Párové elektrostatické zvlákňování

Zařízení pro párové elektrostatické zvlákňování, které je vidět na obr. 12 a), se skládá ze dvou zdrojů vysokého napětí opačné polarity, dvojice zvlákňovacích jehel, dvojice říditelných dávkovacích pump pro dávkování polymerního roztoku a odváděcího válečku. Každý zdroj vysokého napětí je připojen k jedné zvlákňovací jehle. Tyto jehly jsou umístěny v jedné horizontální linii a orientovány svými hroty proti sobě. Polymerní roztok je přiváděn a dávkován do obou těchto jehel současně a ve stejném množství, které činí 5 ml.hod^{-1} .



Obr. 12 Schéma zařízení pro produkci nanovláknenné příže

a. párovým elektrostatickým zvlákňováním

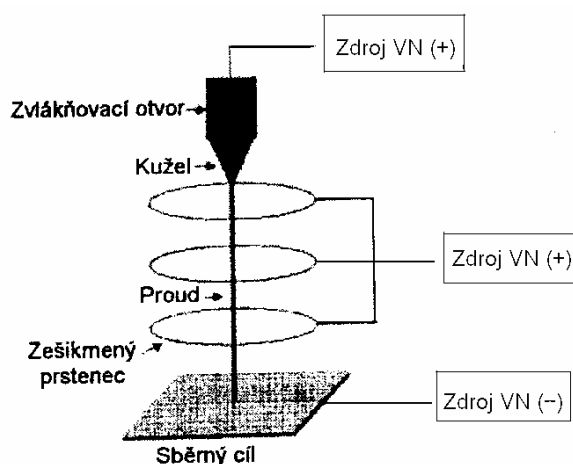
b. pro vícenásobné párové elektrostatické zvlákňován [11]

Vícenásobné párové elektrostatické zvlákňování

Jedná se o podobný princip jako u předchozího zařízení pro produkci nanovláknenných přízí. To může být modifikováno použitím více párů zvlákňovacích jehel viz obr. 12 b). Od původní sestavy se tato produkce liší nejen počtem jehel, ale také použitými procesními parametry. Zobrazené zařízení je odlišné použitím tří párů opačně polarizovaných zvlákňovacích jehel umístěných do tří horizontál a orientovaných špičkami proti sobě [11].

Zvlákňování s využitím pomocného elektrického pole

Dalším možným způsobem je použití techniky vícenásobného elektrického pole (viz obr. 13). Proud polymerního roztoku je v chaotickém kmitavém pohybu během své cesty ke kolektoru. Přesto může být tento chaotický proud urovňán k jeho ploše. Tímto způsobem lze ovládat uložení elektrostaticky zvlákněných nanovláken a následně sbírat uspořádané vlákenné příze.



Obr. 13 Zařízení pro elektrostatické zvlákňování s využitím pomocných elektrod [14]

2.1.2 Nanovláknenné příze zpevněné zákrutem

Nanovláknna se vyznačují nízkou pevností, která velice omezuje rozsah jejich dalšího možného zpracování.

Zkoumáním bylo zjištěno, že parametry ovlivňujícími mechanické vlastnosti nanovláknenných přízí jsou vnitřní struktura vláken a jejich vzájemná poloha ve struktuře příze, tedy míra jejich uspořádání. Z toho vyplývá, že tyto parametry mohou být značně ovlivněny již při samotném procesu elektrostatického zvlákňování. Napětí působící na nanovláknennou přízi jejím protahováním v průběhu výroby vede k nárůstu její pevnosti. Vlastnosti jako počet vláken, průměr příze i stupeň zákrutu na jednotku délky jsou ovlivněny rychlostí otáčení nástroje vkládajícího zákrut.

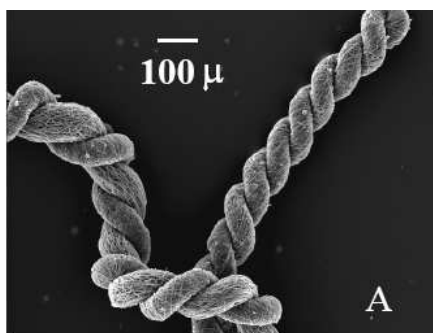
Zlepšení mechanických vlastností nanovláknenných přízí lze dosáhnout aplikací několika postupů:

1. Vkládání uhlíkových nanotub přímo do zvlákňovaných nanovláken - zvýšení pevnosti v tahu a tuhosti.
2. Aplikace zákrutu - reguluje kolísání pevnosti příze, a to zvýšením mezivláknenných interakcí a třením. Bylo dokázáno, že pevnost v přetrhu přízí vzrůstá právě s rostoucím stupněm zákrutu.

Udělení zákrutu nanovláknům je vzhledem k jejich nízké soudržnosti značně obtížné. Existuje několik metod výroby zakroucených nanovláknenných přízí. Pro tvorbu zákrutu až po dokončení procesu elektrostatického zvlákňování lze využít dvou plochých paralelně umístěných uzemněných elektrod (kolektorů). Nanovláknna se v profilu elektrostatického pole usazují v mezeře mezi těmito elektrodami. Elektrody mohou být ploché, ale také kruhové. Nanovláknna se během elektrostatického zvlákňování ukládají na dvě vodivé obruče. Jakmile jsou nanovláknna nanesena, jedna z obručí začne rotovat kolem své osy a tím vloží zákrut vláknennému svazku uloženému mezi ní a stacionární obručí. Vzdálenost takových elektrod se pohybuje v rozmezí 40 mm až 100 mm. Nevýhodou těchto zařízení je, že zakroucené příze na nich vyrobené mohou dosahovat jedině délky odpovídající vzájemné vzdálenosti obou elektrod [15].

Zakroucenou přízi je však možné připravit i v kontinuální podobě:

1. pomocí dvou rotujících disků
2. pomocí rotačního a stacionárního kolektoru (viz obr. 14).



Obr. 14 Zakroucené nanovláknenné příze vyrobené zakrucováním mezi rotačním a stacionárním kolektorem z polymeru *Tecophilic* [1]

3 Experimentální část

3.1 Cíl experimentu

Cílem experimentu bylo po získání informací o jednotlivých možných způsobech výroby nanovláken navrhnout a ověřit zařízení pro kontinuální produkci nanovláknenné vrstvy a následně z ní vytvořit lineární útvar - přízi.

Základním požadavkem na navržené zařízení je produkce souvislé nanovláknenné vrstvy vytvořené elektrostatickým zvlákňováním a její následné zachycení na kolektoru. Dalším požadavkem je možnost kontinuálního snímání nanovláknenné vrstvy vyrobené bez použití **plošné** protielektrody.

Tento experiment vede k testování vodících elektrod především v podobě **lineární** protielektrody a k testování dalších pomocných materiálů, které budou potřebné pro snazší a efektivnější produkci nanovláknenné vrstvy a její následné zpracování do požadované lineární podoby.

3.2 Použitá zařízení

V experimentální části byla pro produkci nanovláknenné vrstvy použita dvě zařízení. Pro oba druhy zařízení, která byla využita při elektrostatickém zvlákňování, bylo zapotřebí použít zdroj vysokého napětí. Při zkouškách uvedených v dalších kapitolách byl převážně používán zdroj vysokého napětí s kladnou polaritou. Jeho parametry jsou popsány v tab. 1.

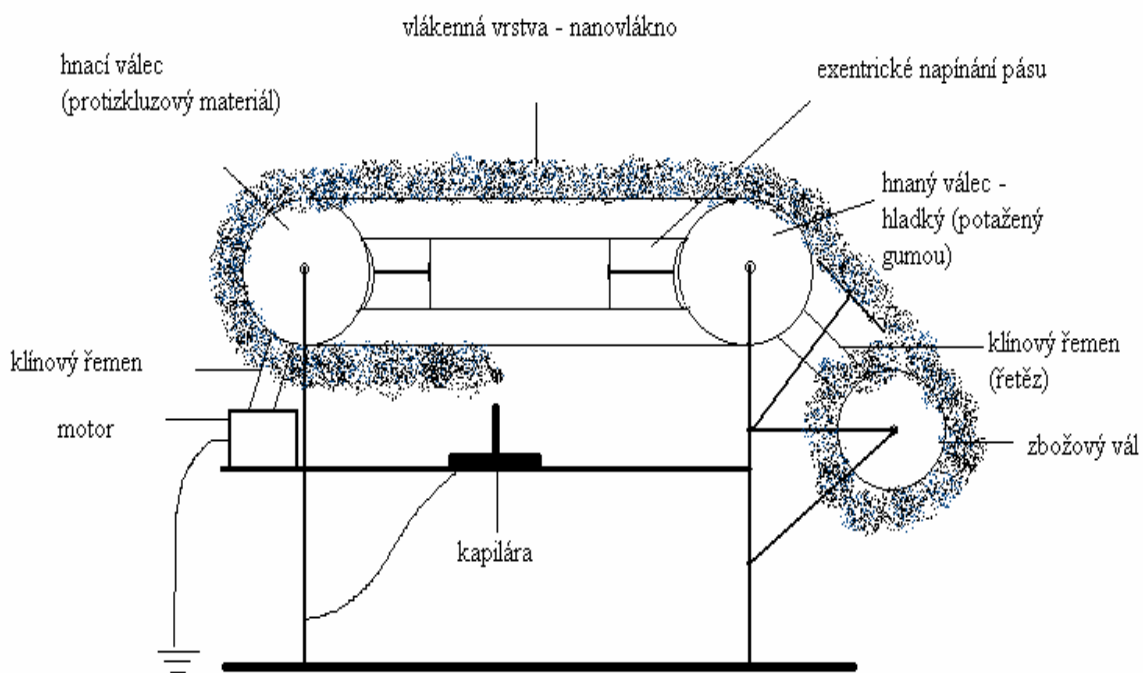
Zdroj vysokého napětí	GLASSMAN HIGH VOLTAGE, INC.
Model	PS/ER 50PO6.0-22
Vstupní napětí	220V, 48-65Hz, 1PH
Výstupní napětí	+50kV, 6mA

Tab. 1 Parametry zdroje vysokého napětí s kladnou polaritou

3.1.1 Zařízení pro produkci nanovláknenných útvarů

Na úvod experimentální části bylo vyprojektováno zařízení, které by mělo umožnit kontinuální produkci nanovláknenné vrstvy bez použití plošné elektrody s možností dalšího zpracování na útvar lineární.

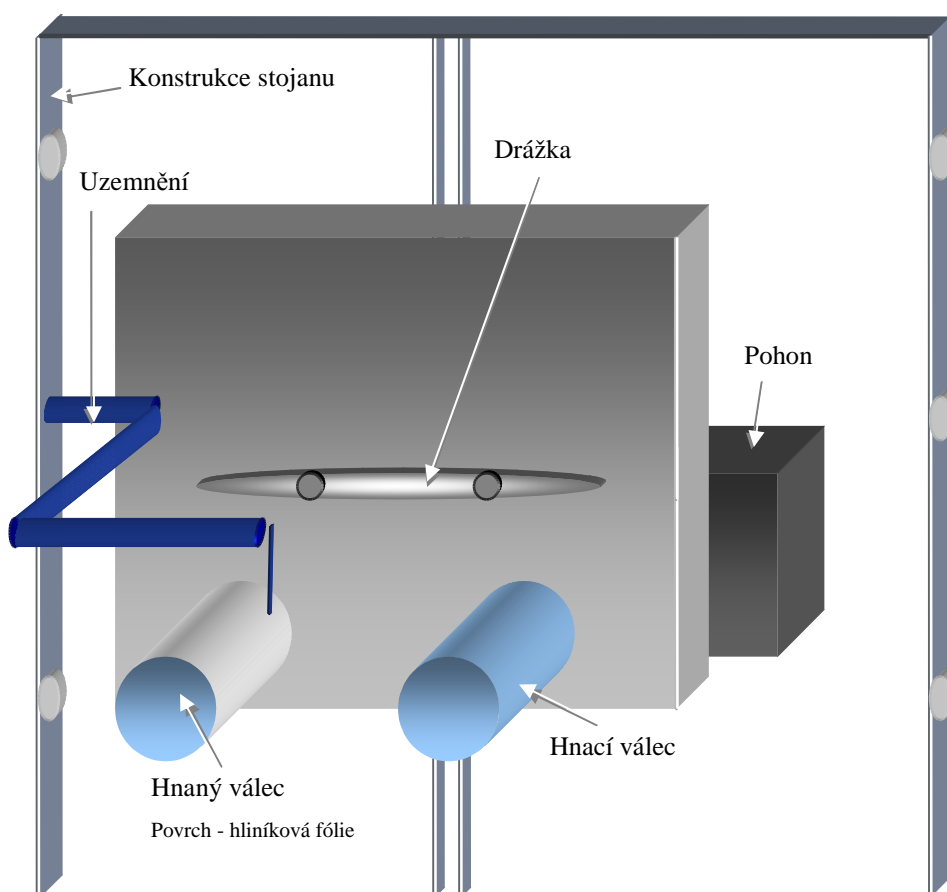
První zařízení navržené a následně sestrojené dle schématu (viz obr. 15) bylo upřesněno a vyrobeno za spolupráce s poloprovozem katedry netkaných textilií. Na takto sestrojeném zařízení, které bylo vyrobeno pro kontinuální produkci nanovláknenné vrstvy, probíhala většina experimentů. Druhé zařízení pod názvem „poloprovozní zařízení“ bylo použito z důvodu možnosti klimatizovat zvlákňovací prostor.



Obr. 15 Schéma projektovaného zařízení pro produkci nanovláknenných útvarů bez použití plošné elektrody

Sestrojené zařízení se skládalo z pevné plastové konstrukce, na níž byly umístěny dva hřídele s otočnými válci. Jeden z válců byl hnací a druhý hnací. Hnací sílu zprostředkovával elektrický motorek s převodovkou, jenž redukovala otáčky na rozsah 0 - 0,027 m/s. Tím bylo možné nastavit požadovanou rychlost hnacího válce popř. změnit směr otáčení. Válce byly spojeny pomocí testovaných materiálů, díky kterým bylo možno docílit kontinuálního pohybu kolektoru jakožto předpokladu

kontinuální produkce. Pohon byl připojen k napájecímu zdroji. Konstrukce zařízení umožňovala nastavení osové vzdálenosti válců, což bylo nutné vzhledem k odlišné délce používaných spojovacích materiálů i pro jejich snadné nasazování a snímání a nastavení optimálního předpětí. Celé zařízení bylo při zkoušení umístěné na pevném kovovém stojanu, který je univerzální a slouží i pro upevnění jiných přípravků pro elektrostatické zvlákňování. Sestrojené zařízení je možné vidět na obr. 16.



Obr. 16 Nákres sestrojeného zařízení

Drážka vyznačená v nákresu na obr. 16 slouží k docílení potřebné vzdálenosti válců a tím snazší manipulaci s testovaným materiálem.

3.1.2 Poloprovozní zařízení pro výrobu nanovlákených vrstev

Na proces elektrostatického zvlákňování má vliv celá řada faktorů. Patří sem např. složení polymerního roztoku a jeho stáří, materiál použitý pro konstrukci protielektrody, jeho vodivost a zejména vlhkost vzduchu, která může být u některých druhů zvlákňovaných polymerů klíčová. Poloprovozní zařízení je vybaveno klimatizací, která umožňuje parametry používaného vzduchu vhodně upravovat a udržovat po dostatečně dlouhou dobu. Na tomto zařízení byly zkoušeny materiály pro konstrukci protielektrody - kolektoru ve formě plastových fólií, s nimiž se zvlákňování za obvyklých podmínek nedařilo.

Zařízení se skládalo z uzavíratelné skříně, vyrobené z průhledného PVC, v níž se nacházel zvlákňovací váleček brodící se v korytku s polymerním roztokem. Běžně používaný kolektor v tomto zařízení má podobu plošné elektrody, vyrobené z děrovaného plechu. Pro testování fólií však byla použita soustava lineárních elektrod tvořených ocelovými dráty o průměru 2 mm. Zařízení se dále skládá ze zdroje vysokého napětí a klimatizační jednotky. Vně uzavíratelné skříně byly umístěny odvíjející a navíjející válce pro kontinuální podávání materiálu.

3.3 Výběr vhodného materiálu pro konstrukci protielektrody

Snahou bylo nalézt takový materiál, aby ho bylo možné využít pro snadnější zachycení nanovlákené vrstvy. Materiál použitý pro tento experiment byl získán od společnosti Laird technologies, s.r.o. a to ve formě měděných pásek o délce 230 mm a o šířce cca 20 mm. Tato společnost se zabývá výrobou prvků na odstínění elektromagnetického záření pro širokou škálu oborů.

Zkoušený materiál od této společnosti byl využit z důvodu podobnosti s jehlovými elektrodami, které se v minulosti ukázaly jako vhodné pro usazování vláken. Měděné pásky se skládají ze spojených jemných úseků a dají se po propojení zkoumat v podobě nekonečného pásu, na kterém by bylo možné produkovat lineární útvary. Na

tomto získaném materiálu se provádělo testování bez použití plošné protielektrody - kolektoru, aby se zjistilo, zda je právě pro tuto výrobu vhodný.

3.1.1 Profilované měděné pásy

Po získání vhodného materiálu, tedy měděných pásků, se zkoušení zaměřilo převážně na výrobu plošné nanovlákněné vrstvy, kterou by bylo dále možno zpracovat do lineárního útvaru, tedy pomocí zákrutu do příze.

Měděné pásy byly připevněny pomocí dřevěných svorek nebo v případě odlišné délky jednotlivých pásků pomocí lepicí pásky na dva rovnoběžně ležící kovové nosiče upevněné na laboratorních stojanech. Elektrostatické zvlákňování probíhalo při vzdálenostech zvlákňování elektrody od kolektoru 70 mm a 90 mm. Rozteč mezi měděnými pásy se pak pohybovala v rozmezí 10 mm až 40 mm. K tomuto experimentu byl použit polymerní roztok, jehož složení je popsáno v tab. 2.

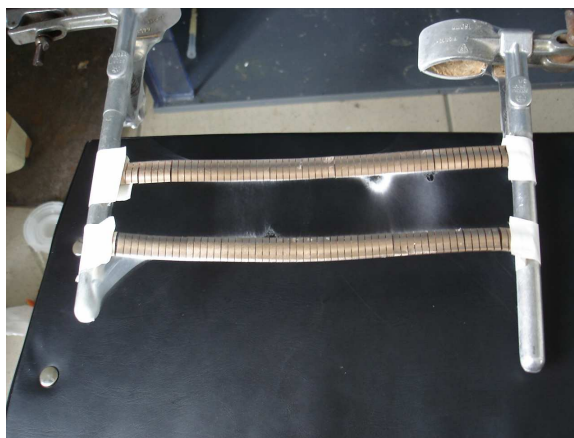
PVA 16%	200 ml
H ₃ PO ₄	1 ml
H ₂ O	48 ml
Glyxol 40%	1,9 g

Tab. 2 Složky polymerního roztoku

Polymerní roztok se naněs pomocí skleněné tyčinky na tyčku, která byla připojena na zdroj vysokého napětí o kladné polaritě. Samotný zdroj vysokého napětí potřebný k elektrostatickému zvlákňování polymerního roztoku a následné vytvoření nanovlákněné vrstvy musí být před použitím uzemněn stejně tak jako samotný zkoušený materiál.

Při elektrostatickém zvlákňování byly sledovány parametry kritického napětí, tj. napětí, kdy dojde k vytváření prvních Taylorových kuželů, a dále vliv roztečí pásků a

vzdálenost mezi kapilárou a zvlákňovací elektrodou. Slovní popis jednotlivých uspořádání experimentu a výsledky jsou znázorněné v tab. 3, 4.



Obr. 17 Profilované měděné pásy

Na snímku na obr. 17 lze vidět jeden ze zkoušených druhů profilovaných pásků, na kterých se nanovláknenná vrstva tvořila nejen v nepatrné vrstvě mezi pásy jako pavučina, ale i na jiných vodivých částech zařízení.

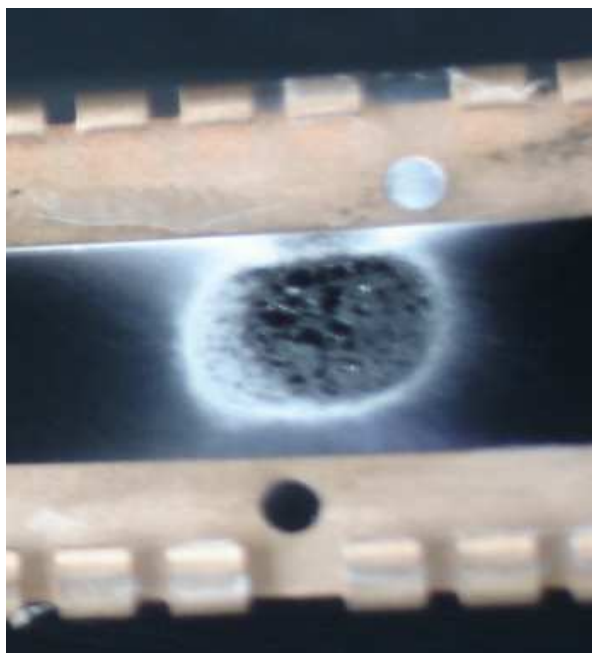
Vzdálenost (pásků od sebe navzájem)	Vzdálenost od zvlákňovací elektrody	Délka pásku	Iniciační, kritické napětí	Zvlákňování	Charakteristika
[mm]	[mm]	[mm]	[kV]	[kV]	vyplněný prostor mezi pásy
40	75	230	18,60	21,40	"pavučina" ¹
35	75	230	17,40	20,20	"pavučina" v hustší formě na vnějším okraji pásků
30	75	230	19,20	20,60	
25	75	230	19,05	22,40	
20	75	230	18,10	30,90	"pavučina" "kapka" ²
15	75	230	17,90	20,40	
10	75	230	18,10	19,90	"pavučina"
/	/	/	18,336	22,257	průměr

Tab. 3 Parametry profilovaných měděných pásků

66

¹ Pavučina - nepatrné vytvoření nanovláknenné vrstvy.

² Kapka - vyprsknutí polymerního roztoku při elektrostatickém zvlákňování (mokrý část), viz obr. 18.



Obr. 18 Detail kapky vytvořeného elektrostatickým zvlákňováním

Vzdálenost (pásků od sebe navzájem)	Vzdálenost od zvlákňovací elektrody	Délka pásku	Iniciační, kritické napětí	Zvlákňování	Charakteristika
[mm]	[mm]	[mm]	[kV]	[kV]	vyplněný prostor mezi pásky
40	90	210	17,60	21,50	"pavučina" "kapka"
35	90	210	16,50	21,06	"pavučina" na jednom pásku
30	90	210	16,90	23,80	"pavučiny" nanovlákná létala kolem
25	90	210	18,00	22,40	"pavučina" kusy nanovláknenné vrstvy
20	90	210	15,30	19,40	"pavučina" na jednom pásku
15	90	210	15,90	21,40	"pavučina"
10	90	210	15,70	20,40	"pavučina"
/	/	/	16,557	21,423	průměr

Tab. 4 Parametry profilovaných měděných pásků

3.1.3.1 Prostředky pro usnadnění snímání nanovláknenné vrstvy

Během experimentů se samotné lineární elektrody neukázaly jako vhodné ke snímání vytvořených vrstev. Příčinu lze hledat ve vyšší adhezi nanovláken k povrchu měděných pásků, případně i v elektrickém náboji, který se na jejich povrchu vytváří. Proto byl hledán vhodný prostředek, který by adhezi účinně snížil a přitom nepoškozoval vzniklá nanovláknena.

Nanášení nanovláken se provádělo na desku pokrytou oboustranně mědí, tzv. kuprexit. Důvodem bylo docílení shodného povrchu jako v případě měděných pásků. Měděná deska měla následující rozměry: délka 400 mm a šířka 80 mm. Na desku byly nanášeny různé přípravky pro snížení adheze a následně byla zjišťována snímatelnost na nich vytvořených vrstev nanovláken. Před aplikací prostředku na desku byly odstraněny nečistoty, které by mohly negativně ovlivnit vytváření nanovláknenné vrstvy. K čištění byl použit ethanol, který povrch desky dokonale odmastil a zbavil dalších nečistot, jako zbytků nanovláken a prostředků z předchozích experimentů.

Při zkoušení samotné měděné ethanolem očištěné desky bez nanoseného přípravku se vytvořila jen nepatrná nanovláknenná vrstva nevhodná ke snímání a dalšímu zpracování. Následně byly aplikovány přípravky od v domácnosti běžně používaných až po méně běžné. Použity tedy byly: mycí prostředek na nádobí Jar, mýdlová voda - mýdlo „Fa“, rostlinný slunečnicový olej - „Vitae d'Oro“, glycerin 80%, 90% a 95% smíchaný s vodou a průmyslová maziva ve spreji – „Joker 440 Universal, ochranný svářečský sprej bez silikonu, Z-LUBE C-405, Multi sprej 12 99 WD a ACMOS 82-2405“.

Jar

První ze zkoušených přípravků byl v domácnosti běžně dostupný a používaný prostředek na mytí nádobí. Tento prostředek se ukázal jako nevhodný. Při snaze o sejmutí vytvořené nanovláknenné vrstvy ji nebylo možné po okraji nadzvednout tak, aby se mohla snímat a poté navinout. Vzniklá nanovláknenná vrstva se při použití Jaru "drolila".

Mýdlová voda - „Fa“

Při aplikaci dalšího zkoušeného prostředku - mýdlové vody - byla nanovláknenná vrstva přilepena k měděné desce tak, že nebylo absolutně možné sejmutí nanovláknenné vrstvy ani po okraji.

Glycerin o různých koncentracích

Při aplikaci glycerinu na měděnou desku se nanovláknenná vrstva opět drolila a nešla z této desky sejmut. Tento výsledek platil pro všechny tři použité koncentrace glycerinu, tj. jak 80%, 90%, tak i 95%. Ze zkoušky provedené s glycerinem je tedy možné vyvodit závěr, že se jedná opět o nevhodný prostředek.

Přípravky ve spreji

Po neúspěchu s Jarem, mýdlovou vodou a glycerinem byly dále pro pokus použity nejrozumnější přípravky ve spreji. Veškeré sprejové přípravky, které byly v rámci zkoušení k pokusu použity mají v praxi takřka identické použití. Jedná se obecně o maziva na uvolňování zrezivělých spojů. Jsou to výrobky, které nejčastěji používají domácí kutilové nebo se uplatňují v automobilovém a lodním průmyslu. Obecně je lze označit jako mnohostranná víceúčelová maziva.

V první fázi šlo o typy „Joker 440 Universal“ a „Ochranný svářečský sprej bez silikonu“. U těchto dvou typů aplikovaných přípravků se nanovláknenná vrstva snímala velice snadno nejen po okrajích, ale také po celé její ploše.

Další pokus byl proveden s aplikací přípravků typu „Z-LUBE C-405“ a „Multi sprej 12 99 WD“. Ty se používají převážně jako víceúčelová maziva, která snižují tření. Při zkoušce s těmito látkami byl výsledek velmi dobrý. Nejen, že šla nanovláknenná vrstva snadno snímat z měděné desky, ale bylo ji možné i sejmut po celém jejím povrchu, tedy jako v předchozím případě.

Naopak při použití přípravku typu „ACMOS 82-2405“ (opět ve spreji) se nanovláknenná vrstva přilepila na měděnou desku a při snaze o sejmutí došlo k jejímu rozdrolení.

Rostlinný slunečnicový olej - „Vitae d'Oro“

Jednou z pokusných substancí byl i obyčejný rostlinný olej. Na závěr přehledu použitých přípravků je uveden pro svou výjimečnou využitelnost pro usnadnění snímání. Rostlinný slunečnicový olej se ukázal se svými výsledky při testování jako nejvhodnější, a to nejen co se týče dostupnosti ale i snadnosti snímání vyprodukované nanovláknenné vrstvy. Po aplikaci rostlinného slunečnicového oleje na měděnou desku se při elektrostatickém zvlákňování polymerního roztoku vytvořila nanovláknenná vrstva, kterou bylo možno jednoduše snímat z použité desky po celé její šíři. Výsledek byl tedy obdobný jako u použitých přípravků „Joker 440 Universal“ a „Ochranný svářečský sprej bez silikonu“. Výhodou oproti těmto víceúčelovým mazivům je nižší cena stolního oleje, která ho činí dostupnějším.

Po výše popsaném nalezení prostředku, který by byl z hlediska následného snímání vytvořené nanovláknenné vrstvy vhodný pro aplikaci na měděnou desku se experiment vrátil k používání měděných pásků. Tyto pásy se po stranách přichytily na měděnou desku ve vzdálenosti cca 30mm od sebe. Povrch měděné desky byl dokonale očištěn ethanolem - odmaštěn a zbaven dalších nečistot. Na měděné pásy přichycené na této desce byl na rozdíl od ní aplikován pomocí štětečku stolní olej. Při elektrostatickém zvlákňování polymerního roztoku se nanovláknenná vrstva zachytila nejen na měděných páscích, ale i na samotné měděné desce. Tento postup byl poté opakován ještě s drobnou změnou, při níž byla měděná deska nahrazena plastovou. Vhodný přípravek, jímž byl rostlinný olej, byl opět aplikován pouze na měděné pásy, které byly přichyceny po stranách plastové desky nahrazující dříve použitou měděnou. Vytvořená nanovláknenná vrstva se v tomto případě přichytila již pouze na měděných páscích. Díky tomu bylo možné vyzkoušet snímání vzniklé vrstvy. To se však ani po aplikaci rostlinného oleje moc dobře nedařilo.

Snímání vzniklé nanovlákněné vrstvy se nedařilo z důvodu:

1. nestejnouměrnosti pásků

Použité pásky byly částečně zdeformované předchozím používáním při pokusech.

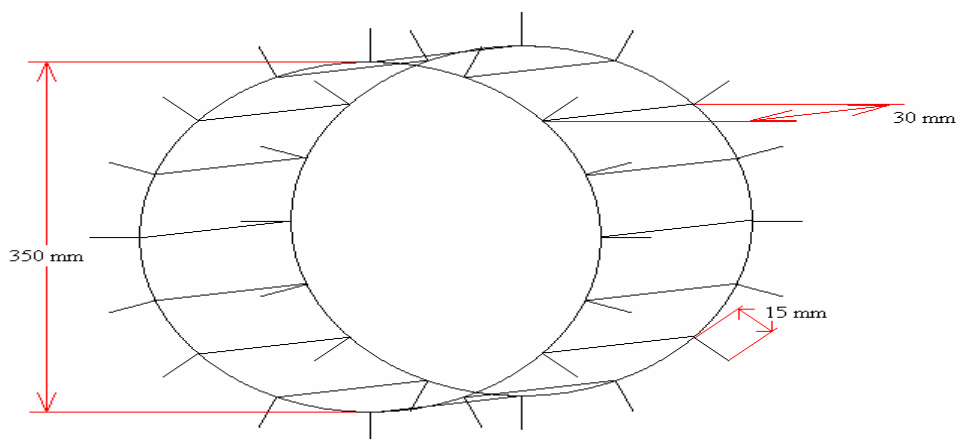
2. nedostatečné tloušťky snímané vrstvy

Je potřeba pomocí elektrostatického zvlákňování vyrobit takovou vrstvu nanovláken, aby bylo možné provést její snímání z pásku, aniž by se začala trhat.

Další vývoj pokusů vedl ke zkoušení kontinuálního zvlákňování na měděné pásky tvořící kolektor. Pásky byly pro dosažení kontinuálnosti sletovány do nekonečného pásu. Tyto pásy byly následně umístěny na zkoušeném zařízení (viz obr. 16) k tomuto účelu sestrojeném. Celkem se zkoušelo pět různých druhů pásů s odlišným tvarem a rozměry. Pásy měly obecně podobu jehliček spojených do jednotlivých dílků, z nichž byl pásek vytvořen. Na otočné válce sestrojeného zařízení bylo možné umístit současně dva z pěti testovaných pásů ve vzájemné vzdálenosti 40 mm. Výsledky těchto zkoušek ukázaly nevhodnost použití tohoto materiálu pro vytvoření nanovlákněné vrstvy. Ta byla v tomto případě velmi nepatrná a proto ji nebylo z kolektoru možné snímat, navíjet a tvořit z ní lineární útvar.

3.1.2 Rotační hrotová elektroda

V další fázi byly měděné pásky nahrazeny hrotovou elektrodou. Ta byla vytvořena ze dvou souosých kruhů o shodném průměru 350 mm. Vzdálenost kruhů byla 30 mm a jejich vzájemné spojení bylo zajištěno příčnými spojkami umístěnými na obvodě kruhů ve vzdálenosti cca 30 mm. Spojky zároveň svými konci tvořily hroty kolmé k povrchu kruhů. Jejich výška byla 15 mm. Celá konstrukce byla zhotovena z měděného drátu. Pro kruhy byl použit drát o průměru 2 mm, pro příčky s hroty drát o průměru 1 mm (viz obr. 19).



Obr. 19 Schéma hrotové elektrody

Nejprve bylo zkoušeno zvlákňování přímo na hrotovou elektrodu, ale vzniklou vrstvu nebylo možné sejmout. Proto byla na kruh navlečena fólie, která zakrývala konstrukci kruhů a hroty procházely jejím povrchem, přičemž nad ním čněly zhruba 1mm. Cílem tohoto materiálu bylo usnadnit snímání vzniklé nanovláknenné vrstvy. Jedná se o polypropylenovou folii o tloušťce 0,055 mm. Tato fólie byla zhotovena z dostupného výrobku známého pod názvem eurodeska. Konstrukci hrotové elektrody v podobě tzv. „trnové koruny“ i s upevněnou fólií je možno vidět na obr. 20. U tohoto experimentu se vytvořila nanovláknenná vrstva především na hrotech, na samotné fólii byla vrstva velmi tenká. Její snímání nebylo snadné a bylo třeba vynaložit značné zručnosti, které není strojově možno docílit. Proto se tento postup nejeví jako vhodný pro kontinuální výrobu plošné nanovláknenné vrstvy.



Obr. 20 Hrotová elektroda s pomocnou fólií

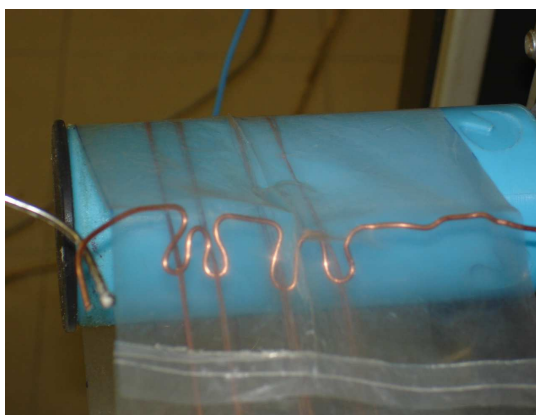
3.1.3 Lineární elektroda

Podstatné bylo zabývat se otázkou, jak docílit snímání nanovláknenné vrstvy z celé plochy spojovacího materiálu tak, aby se nepřetrhla a bylo možné ji navinout na odtahový váleček, jinými slovy, jak kontinuálně snímat nanovláknennou vrstvu.

Zkoušky ukázaly, že konstrukce kolektoru by měly být vyrobeny z ohebného poddajného materiálu např. z pleteného nebo splétaného drátu. Pouze tak je možno vyrobit konstrukci kolektoru, který bude kopírovat tvar vodičích drah i během pohybu. Pro tento účel byl vybrán splétaný měděný drát kombinovaný s přízí.

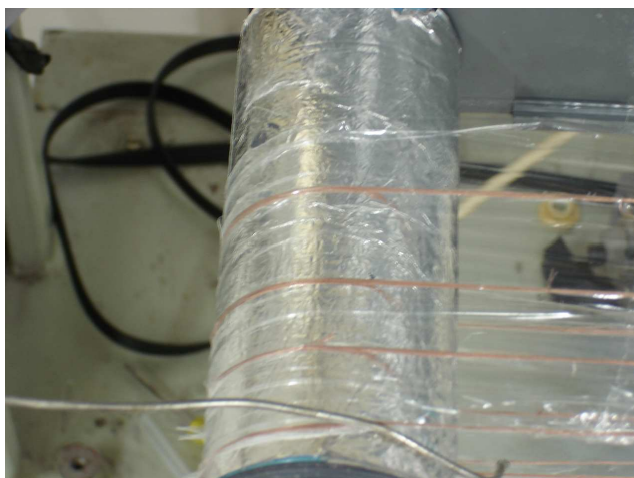
Na válce byly umístěny nejprve čtyři lineární protielektrody, přičemž každá z nich byla tvořena z deseti drátků. Osová vzdálenost protielektrod činila cca 20 mm. Tím byla vytvořena protielektroda složená z lineárních vodičů.

Při tomto uspořádání se objevil následující problém: při otáčení válců docházelo ke ztrátě zemnicího kontaktu s jednotlivými dráty lineárního kolektoru, což negativně ovlivňovalo tvar jeho elektrického pole a tím i proces samotného zvlákňování. Proto byl vytvořen vodič jednotlivých protielektrod v podobě šablony z tuhého měděného drátu o průměru 2 mm. Na něm byla vytvořena očka v požadované osově vzdálenosti, do nichž byly dráty navedeny. Šablona sloužila pro zemnění a zároveň k vedení lineárních vodičů, což lze vidět na obr. 21.



Obr. 21 Pomocný drát pro uzemnění a pro vedení individuálních drah

Vzhledem k tomu, že zařízení bylo umístěno v rámu, který neumožňoval dokonale pevné uchycení zemnicí šablony – ta byla upevněna pomocí lepící pásky – byl nalezen jiný způsob jak efektivně zajistit zemnění lineární elektrody. Ten spočíval v obalení obou válců hliníkovou fólií - alobalem. Tento materiál je běžně používán v domácnosti a proto je i snadno dostupný. Na hnaný válec byl umístěn uzemňovací hrot, který se fólie lehce dotýkal a zprostředkovával vodivý kontakt. Hliníková fólie byla dále v kontaktu s dráty navinutými na válce a tvořícími lineární elektrodu (viz obr. 22).



Obr. 22 Detail vytvořené lineární elektrody

Na obrázku 22 je vidět detail jednoho z válců zařízení, který je obalen hliníkovou fólií pro zajištění potřebného uzemnění. Jsou zde vidět i vodiče lineární elektrody vytvořené z jemných drátků.

3.4 Pomocný podkladový materiál

V předešlých fázích experimentální části byla ověřována funkčnost sestrojeného zařízení. Testováním se hledala především vhodná lineární elektroda - kolektor. Jak bylo zjištěno, kolektor se neobešel bez pomocného materiálu, na který by se zachytávala nanovlákná vrstva. V rámci dalšího postupu bylo proto vyzkoušeno několik typů termoplastů, které byly používány jako tento pomocný materiál s cílem usnadnit zachycení a následné snímání vrstvy nanovláken.

3.1.1 Fólie

Pro další postup bylo navrženo řešení použít jako pomocný materiál různé druhy termoplastických polymerů v podobě fólií, převážně polyethylen - PE a polypropylen - PP. Tyto materiály byly testovány jak z důvodu možnosti snazšího zachycení vytvořené souvislé nanovlákné vrstvy tak jejího následného snímání.

Nejprve byla zkoušena fólie vyrobená z polyethylenu (PE), tedy smrštitelné fólie. Tento typ byl nevyhovující, a to převážně pro nesnadné snímání nanovlákné vrstvy z jejího povrchu a pro obtížnou manipulaci s tímto pomocným materiálem.

Poté byly testovány polypropylenové plastové fólie (PP), které jsou známy pod názvem mikrotén. Bylo zkoušeno celkem pět různých typů těchto fólií, které se navzájem odlišovaly tloušťkou a strukturou svého povrchu (eurodesky). K tomu, aby bylo možno vyzkoušet libovolný druh polypropylenových plastových fólií přímo na zařízení při kontinuálním provozu, bylo nutno vytvořit nekonečný pás, který se nasadí na válec. Měřením bylo určeno, že délka pásu musí ležet v rozsahu 800 - 880 mm a jeho šířka by měla být 100 - 130 mm. Ideální rozměr pro zkoušený materiál byl stanoven na délku 810 a šíři 110 mm s ohledem na možnost nastavení potřebného předpětí folie nastavením rozteče válců.

Zkoušené fólie byly pořízeny v rozměrech 210 mm x 297 mm, tedy ve formátu A4. Pro vytvoření pásu bylo tedy zapotřebí fólii rozdělit na pásy potřebné šíře a ty

následně po šířce svařit tak, aby vznikl uzavřený pás. Ke sváření byla použita svářečka fólií „Bio-Vacufresh“ od německé společnosti „Mia“, která se používá v domácnosti. Zhotovený pás se poté nasadil na válce a nastavilo se potřebné předpětí fólie, čímž bylo zařízení připraveno ke zkoušení.

4.1.3.1 Postup zvlákňování na fólie na sestrojeném zařízení

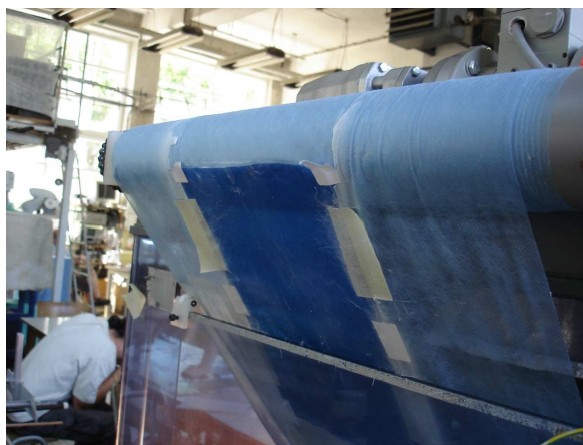
Nejprve byla pro zvlákňování použita tyčka, na které byla nanesena kapka polymerního roztoku PVA 12%. Nanovláknenná vrstva vytvořená na fólii byla nerovnoměrná a nebylo možno ji snímat. Tím se ukázala jako nevhodná pro další použití. Po tomto zjištění se výsledek ověřoval také s použitím zvlákňovacího válečku a stejného polymerního roztoku. Váleček byl umístěn rovnoběžně se směrem pohybu zkoušeného materiálu, avšak s podobným výsledkem, jako při použití tyčky.

Dále se váleček otočil do polohy kolmé ke směru pohybu materiálu - opět se shodným výsledkem jako v předchozích případech. Během zvlákňování se vytvářela nesouvislá vrstva, místy mokrá, docházelo ke značnému úletu vláken do okolního prostoru, navíc některá vlákna setrvala po určitou dobu ve zvlákňovacím prostoru a teprve po určité době se usadila na zemnění válců.

Příčinou těchto jevů jako byla tvorba nekvalitní nanovláknenné vrstvy, nevhodný průběh zvlákňování, dále úlety nanovláken apod., mohla být vysoká vlhkost ovzduší v laboratoři, která se pohybovala okolo 60%. Tato úvaha vedla k opakování experimentu na poloprovozním zařízení, které je vybaveno klimatizační jednotkou pro nastavení požadované teploty a především vlhkosti vzduchu ve zvlákňovací komoře po dostatečně dlouhou dobu.

4.1.3.2 Postup zvlákňování na fólie na poloprovozním zařízení

Příprava materiálu pro poloprovozní zařízení s klimatizací, tedy s přídavným zařízením pro regulaci vlhkosti a teploty vzduchu, byla následující. U zkoušených fólií (PP) bylo nutno redukovat tloušťku, protože každý nevodič vložený do zvlákňovacího prostoru snižuje intenzitu elektrostatického pole a tím i účinnost zvlákňování. Fólie – eurodeska, se rozdělila na dvě části, každá o rozměru 210 x 297 mm (formát A4). Z takto připravených dílů, byla zkoušena jen jedna polovina od každého druhu. Ty se pomocí lepicí pásky přichytily podélně na pomocný netkaný materiál – spunbond o plošné hmotnosti 17 g.m^{-2} , který slouží jako nosič pro výrobu nanovláknenné vrstvy. Mezi jednotlivými fóliemi byla ponechána mezera 20 mm. V tomto zařízení byl pro elektrostatické zvlákňování použit zvlákňovací váleček o šíři 260 mm s polymerním roztokem PVA o koncentraci 16%.

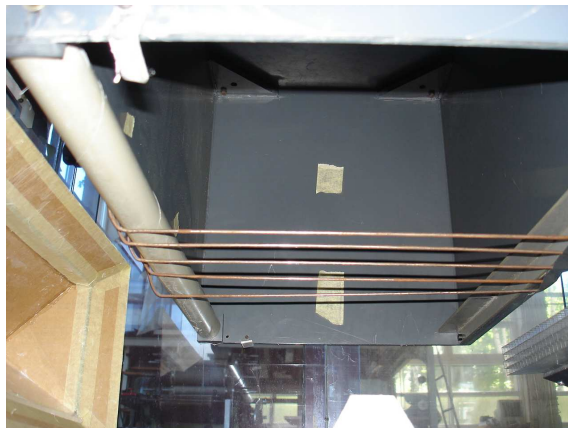


Obr. 23 Detail odtahového válce

Obrázek 23 ukazuje část poloprovozního zařízení s klimatizací - konkrétně odtahový válec. Na samotném válci je pozorovatelný otvor v komoře z PVC, z něhož vystupuje podklad v podobě netkané textilie na níž jsou přilepeny PP fólie o různé tloušťce a s odlišným povrchem.

Lineární elektroda byla v tomto případě vytvořena z tuhých kovových drátů o průměru 2 mm s osovou vzdáleností 30 mm, jejichž požadovaná délka byla taková, aby překrývala šíři komory kolektoru. Oba konce elektrod byly v délce 15 mm ohnuty do pravého úhlu a pomocí lepicí pásky upevněny ke stěně komory kolektoru viz obr. 24.

Uzemnění bylo zajištěno pomocí tenkého vodiče o průměru 0,5 mm, který na zahnutých koncích spojoval všechny elektrody.



Obr. 24 Lineární protielektroda použitá na poloprovozním zařízení

Obrázek 24 ukazuje řešení použité pro vytvoření kolektoru z lineárních vodičů. Patrné je zde výše popsání zahnutí konců. Kolektor je následně překryt nosičem z NT, na který se připevnil jednotlivé fólie.

Výsledkem elektrostatického zvlákňování s kolektorem tvořeným lineárními elektrodami byla tenká a nerovnoměrná vrstva, vytvářená na povrchu fólie, takže nebyla snímatelná. I vrstva vytvořená v poloprovozním zařízení byla nesouvislá a místy mokrá. Při zvlákňování opět docházelo ke značnému úletu vláken do okolního prostoru (viz obr. 25). Mezi fóliemi se však tvořila souvislá vrstva nanovláken. Na fóliích jsou patrné shluky v místech poblíž lineárních vodičů. Na nich byly do fólie, pravděpodobně vlivem koncentrace bodového náboje, propáleny otvory, což zvýšilo vodivost a tím i intenzitu pole. Tyto výsledky vedly k úvaze, že příčinou neúspěchu je kolektor tvořený lineárními vodiči, který není schopen vytvářet dostatečně rovnoměrné a intenzivní pole pro elektrostatické zvlákňování viz obr. 26. Parametry procesu jsou uvedeny v tab. 5.

odtahová rychlost	100 mm/min
vlhkost vzduchu	21,2 - 23,4%
aplikované napětí	60 kV
polymer	16% PVA

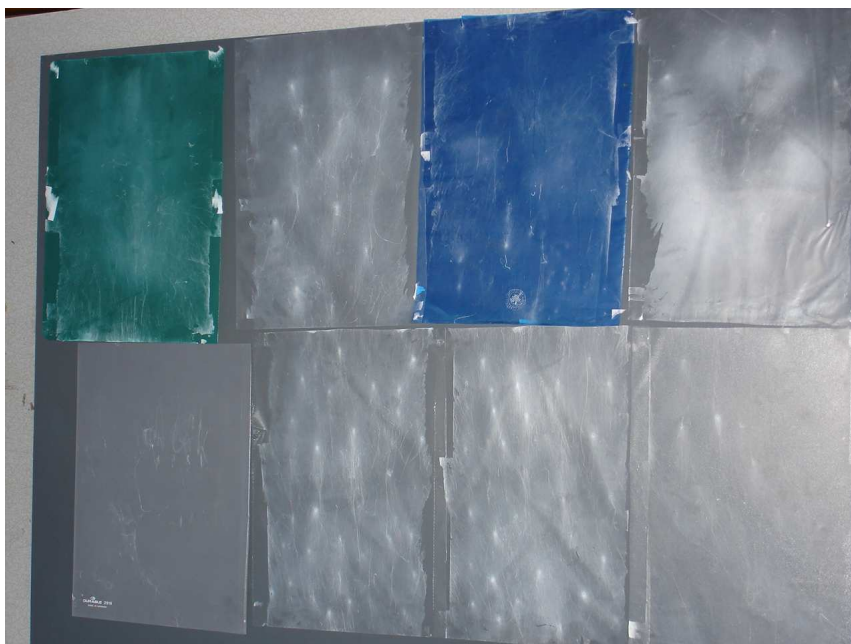
Tab. 5 Parametry procesu

Protože výsledky nebyly přesvědčivé, bylo rozhodnuto pro ověření předchozích úvah použít plošný kolektor, který je vytvořený z perforovaného plechu s otvory o průměru cca 2 mm. Očekávalo se vytvoření rovnoměrné vrstvy, bez vad a nerovnoměrností. Výsledky však byly shodné jako při použití lineární elektrody. Z toho lze usuzovat, že druh použitého kolektoru neměl na výsledek zvlákňování vliv a příčinou neuspokojivých výsledků je použití fólie, která je nevodivá a negativně ovlivňuje podmínky nutné pro správný průběh elektrostatického zvlákňování. Povrch fólie se při zvlákňování nabíjí a odpuzuje vznikající nanovláknna, která pak opouštějí zvlákňovací prostor mimo kolektor.

Na obr. 25 lze pozorovat nanovláknennou vrstvu, která se usazovala mimo kolektor vlivem úletu vláken (viz červená šipka).



Obr. 25 Část poloprovozního zařízení - uzavíratelná skříň

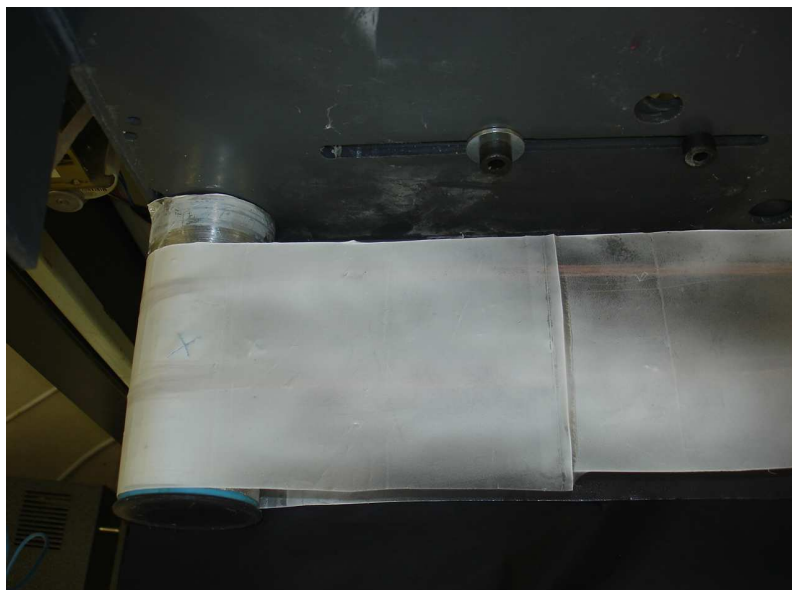


Obr. 26 Fólie použité na poloprovozním zařízení

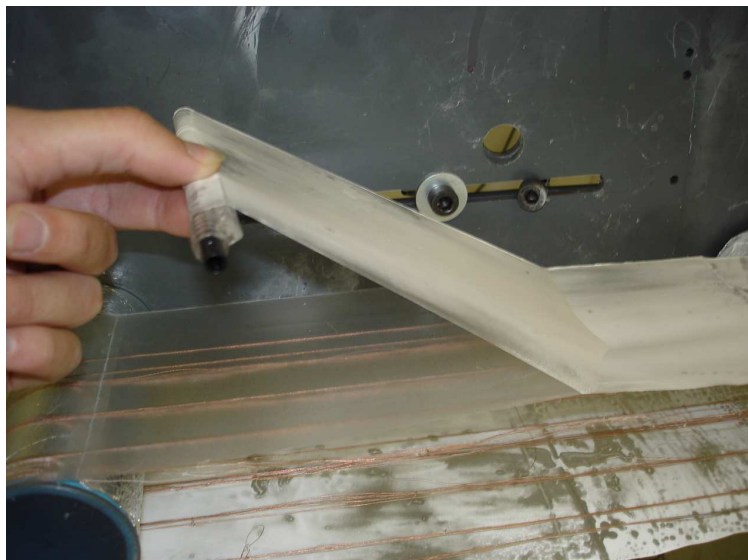
Na obrázku 26 jsou vidět fólie, které byly pro zachytávání nanovláken použity. Kvalita zvlákňování souvisela mimo jiné s tloušťkou fólie a strukturou jejího povrchu. Lze konstatovat, že efektivita zvlákňování roste s klesající tloušťkou a větší hladkostí povrchu. Tento typ fólií byl vybrán pro následné ověřování na sestrojeném zařízení.

4.1.3.3 Prostředky pro zvýšení povrchové vodivosti

Cílem pokusu bylo na fólii vytvořit souvislou nanovláknennou vrstvu. Fólie, která byla pro pokusy používána, byla vybrána po sérii zkoušek dle výše popsaných postupů na poloprovozním zařízení. Protože se vlivem účinku elektrostatického pole na povrchu fólie vytvářel náboj, který narušoval proces zvlákňování, bylo rozhodnuto použít přípravek, který by elektrostatické pole na povrchu používané fólie snížil. Pro první pokus byl vybrán antistatický prostředek, který se používá pro antistatickou úpravu spunbondových netkaných textilií. Prostředek, který byl získán od společnosti „Pegas Nonwovens s.r.o.“, se skládá ze směsí povrchově aktivních látek a jeho přesné složení podléhá utajení. Tento prostředek se ukázal jako vhodný, protože usnadnil jak tvoření souvislé nanovláknenné vrstvy na použité fólii (viz obr. 27), tak i kontinuální snímání z jejího povrchu (viz obrázek 28).



Obr. 27 Souvislá nanovláknenná vrstva připravená ke kontinuálnímu snímání

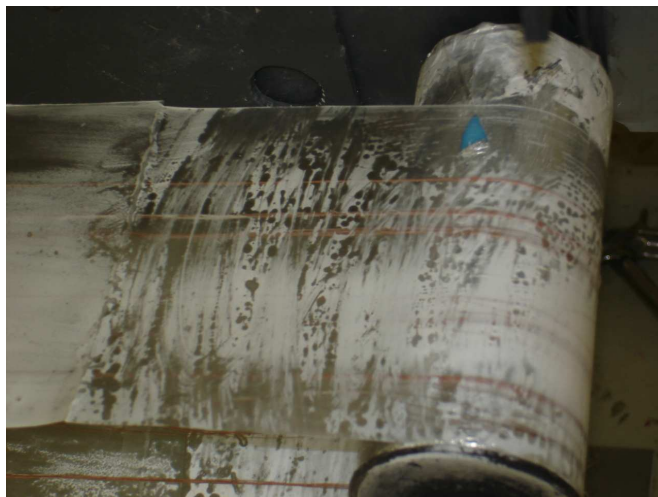


Obr. 28 Kontinuální snímání nanovláknenné vrstvy

Na obrázku 28 je možné vidět použitou hladkou fólii, která je nasazena a napnuta na válečky sestrojeného zařízení. Fólie je potřena antistatickým přípravkem od firmy „Pegas Nonwovens s.r.o.“. Z fólie je možné kontinuálně snímat souvislou nanovláknennou vrstvu z celé plochy zkoušené fólie a následně navíjet k dalšímu využití.

Jelikož přesné složení a typ prostředku byl jeho poskytovatelem tajen, byla snaha o to, nalézt obdobně využitelný ekvivalent. Antistatický přípravek dodaný firmou „Pegas Nonwovens s.r.o.“ výrazně upoutával pozornost svým aroma. Toho bylo využito k subjektivnímu vyhledání podobně aromatických prostředků. Byly testovány takové přípravky, v jejichž složení se vyskytuje povrchově aktivní látka tzv. tenzid. Jelikož tenzidy snižují povrchové napětí rozpouštědel, usnadňují rozpouštění a odstraňování nečistot. Nejčastěji se tedy používají právě v čisticích a pracích prostředcích. Proto bylo zkoušení omezeno jen na běžně dostupné a v domácnostech používané prostředky jako jsou např. přípravek na čištění oken známý pod názvem „Iron“, nebo univerzální čistič na rozsáhlé plochy „Mr. Proper“. Vysoce účinný čisticí prostředek „Star“ používaný na odstraňování nečistot z prádla, z koberců a na jakékoli omyvatelné plochy. Dále byl použit přípravek od firmy „Amway“. Jednalo se o univerzální, mnohoúčelový, tekutý, organický čisticí prostředek pro úklid v domácnosti. Tento čisticí prostředek byl použit zejména pro svůj charakteristický zápach totožný s antistatickým přípravkem firmy „Pegas Nonwovens s.r.o.“.

Výsledek jednotlivých prostředků aplikovaných na fólii prostřednictvím rozprašovače, popřípadě nanášením pomocí lehkého rozetření prostředku papírovým ubrouskem, byl téměř shodný. Výše zmíněné prostředky umožnily, aby se při elektrostatickém zvlákňování vytvářela na fólii dostatečně silná vrstva nanovláken, kterou bylo možno snímat. Při aplikaci univerzálního přípravku od společnosti „Amway“ se místy vytvořila průsvitná vrstva nanovláken, která svou podobou připomínala potravinářskou fólii, viz obr. 29. Tato vytvořená nanovláknenná vrstva se nechala lehce snímat podobně jako nanovláknenná vrstva u předešlých prostředků. Snímání bylo těžší v případě nedokonalého zaschnutí prostředku nebo jeho příliš silného nánosu.



Obr. 29 Na fólii vytvořená nanovláknenná vrstva

Na obrázku 29 je vidět fólie, která je potřena čistícím prostředkem od firmy „Amway“ a na ní je vytvořená nanovláknenná vrstva.

3.1.2 Textilní materiály potažené vrstvou PTFE

Tkanina potažená oboustranně teflonem byla pro zkoušení vybrána zejména kvůli svému antiadhezivnímu povrchu. Vyzkoušené přípravky byly využity v navazující fázi pokusů pro práci s textilním materiálem potaženým polytetrafluorethylenem (PTFE), který je více známý pod svým obchodním názvem *teflon*. Na textilní materiál - tkaninu s oboustranně naneseným teflonem - byla elektrostaticky nanášena nanovlákna a poté se zkoušelo, jak snadno je lze snímat. Tyto materiály byly zkoušeny nejprve v podobě vzorků o rozměrech 130 x 100 mm, které byly získány ze vzorníku. Na základě výsledků těchto zkoušek byly vybrány dva vhodné materiály, ze kterých byl společností „Reko s.r.o.“ vyroben nekonečný pás, uzpůsobený k použití na sestrojeném zařízení. Detailně je postup zkoušky popsán níže.

4.2.3.1 Textilní vzorečky potažené vrstvou PTFE

Zkoušeny byly vzorky materiálu o různé tloušťce, složení a struktuře povrchu. Jednotlivé druhy byly označeny identifikačním štítkem, jenž umožňoval snazší orientaci. Pro pokusy byl využit laboratorní stojan a držák, ve kterém bylo umístěno pouzdro vzorníku. Jednotlivé vzorky se přichytily pomocí lepicí pásky pod lineární elektrodu, která měla podobu jemných drátků, viz obr. 30. Při elektrostatickém zvlákňování byly vzorky individuálně zkoušeny na sestrojeném zařízení. Na některých z nich došlo k tvorbě nanovlákněné vrstvy, zatímco na některých vzorcích k vytvoření vrstvy nanovláken nedošlo. Testováno bylo celkem šest druhů, z nichž jen dva byly vybrány jako vhodné k následnému zkoušení.



Obr. 30 Detail zkoušeného vzorku (PTFE)

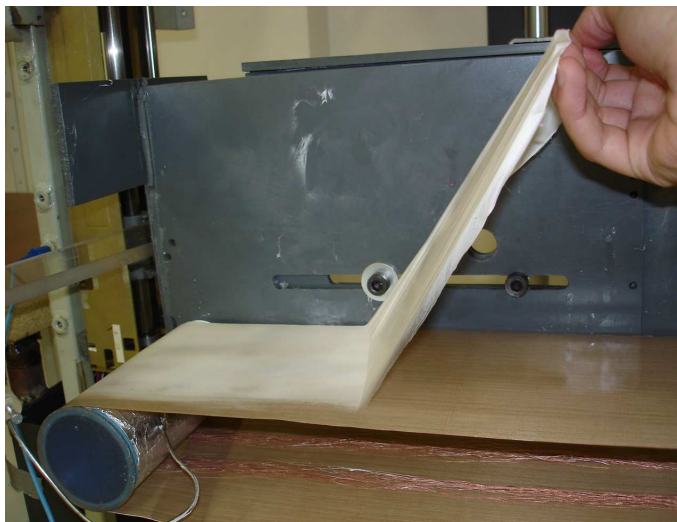
4.2.3.2 Textilní pásy potažené vrstvou PTFE

Z vybraných vzorků PTFE byly společností „Reko s.r.o“ vyrobeny a dodány pásy o rozměrech 830 x 130 mm. Spojení bylo zajištěno lepením do podoby nekonečné smyčky tak, aby ji bylo možno nasadit na válce zařízení. Tyto pásy byly zkoušeny jednotlivě na sestrojeném zařízení při použití lineární elektrody v podobě jemných drátků. Pro optimální vytváření souvislé nanovlákněné vrstvy při elektrostatickém zvlákňování bylo potřeba na tkaninu s oboustranně naneseným teflonem aplikovat povrchově aktivní látku „Amway“, jejíž testování je popsáno výše. Výsledek je vidět na obrázku 31.



Obr. 31 Nanovláknenná vrstva vytvořená na PTFE pásu potřeném prostředkem „Amway“

Posledním experimentem bylo ověření možnosti snímat nanovláknennou vrstvu ukládanou na pás potažený teflonem a možnosti jejího následného navíjení, popř. opatření zákrutem. Lze konstatovat, že při použití čistícího prostředku se na teflonem potažené tkanině vytvářela souvislá nanovláknenná vrstva a bylo ji možno kontinuálně snímat. Potvrdila se jak možnost navíjení vrstvy v celé šíři (viz obr. 32), tak i navíjení vrstvy opatřené zákrutem a přeměněné na lineární útvar (viz obr. 33). Pro její jemnost a malou pevnost se musela nanovláknenná vrstva opatrně sejmut z pásu a ručně na ní vytvořit zákrut pro zvýšení pevnosti výsledného útvaru - příze z nanovláken. Příze se následně navinula na váleček, viz obr. 34. Je třeba upozornit na fakt, že nebyla-li použita povrchově aktivní látka, docházelo k tvorbě nerovnoměrné vrstvy, kterou nebylo možno kontinuálně snímat, protože docházelo k jejímu přetržení.



Obr. 32 Snímání nanovláknenné vrstvy při použití PTFE pásu

Textilní pás potažený teflonem, na kterém je vidět snímání nanovláknenné vrstvy lze vidět na obr. 32 a následně zpracování na lineární útvar dále na obr. 33.



Obr. 33 Snímatelná nanovláknenná vrstva

Na obrázku 33 lze pozorovat na PTFE pásu vytvořenou souvislou nanovláknennou vrstvu, která je kontinuálně snímána a následně zpracována do podoby lineárního útvaru - příze.



Obr. 34 Lineární útvar v podobě příze

4 Diskuse

Na samotný proces elektrostatického zvlákňování mělo vliv mnoho činitelů jako byl např. způsob připojení, hodnota napětí, izolace, vodivost, ale také vlhkost vzduchu. Jedním z významných faktorů, který také ovlivňoval tento proces, byl druh použité zvlákňovací elektrody. Pro získání souvislé nanovláknenné vrstvy byla v této práci používána zvlákňovací elektroda ve dvou formách. V prvním případě měla elektroda podobu tyčky, u níž je kritická hodnota napětí, při níž začíná proces zvlákňování, v rozsahu přibližně 25 až 35 kV. Tato elektroda byla oproti druhému typu - rotujícímu válečku - bezpečnější, protože kritická hodnota napětí u rotujícího válečku se pak pohybovala kolem 40 až 50 kV.

Otázkou je, proč nebyla zvlákňovací elektroda v podobě rotujícího válečku využívána pro experiment ve větším rozsahu, když jinak umožňuje vyprodukovanými nanovláknny pokrýt větší plochu kolektoru. U této formy zvlákňovací elektrody bylo nutné samotnou produkci nanovláknenné vrstvy vyvolat elektrickým výbojem dodaným při použití pomocného vodivého materiálu. Tato dodaná energie způsobila „vytažení“ hmoty roztoku směrem ke kolektoru. Celý proces byl vcelku nebezpečný a byl doprovázen výbojem. Zvlákňovací elektroda v podobě rotujícího válečku také kladla vysoké nároky na polymerní roztok, který při těchto pokusech na zkoušených podkladových materiálech vytvářel převážně mokrá místa, a také na podmínky elektrostatického zvlákňování. V tomto případě se jednalo především o vlhkost vzduchu. To vedlo k testování na poloprovozním zařízení.

Poloprovozní zařízení bylo vybaveno klimatizací, která umožňovala parametry vzduchu vhodně upravovat a udržovat po dostatečně dlouhou dobu. Toto zkoušení bylo nutné k potvrzení toho, že ani na poloprovozním zařízení, které je vybaveno klimatizací, není rotující váleček schopen vyprodukovat souvislou nanovláknennou vrstvu. Proto se další testy prováděly již jen se zvlákňovací elektrodou v podobě tyčky. Elektroda v této podobě vytvářela souvislejší nanovláknennou vrstvu. K podstatně lepším výsledkům vedlo také správné uzemnění kolektoru, jeho dostatečná vodivost a použití zdroje vysokého napětí s kladnou polaritou.

Po zjištění vhodných podmínek a zvlákňovací elektrody bylo nutné nalézt vhodný kolektor, na nějž by se zachytávala vyrobená nanovláknenná vrstva. Pro jeho získání byly zkoušeny různé profilované měděné pásky, sletované měděné pásy a dále drátky o rozdílných průměrech, které byly individuálně testovány na sestrojeném zařízení jako vodící elektroda pro zachycení vláken. Při použití měděných pásků se usadila nanovláknenná vrstva, která nešla snímat. Proto bylo nutné zabývat se otázkou, jak umožnit snímání této vrstvy, aniž by došlo k jejímu poškození. Na základě toho se měděné materiály zkoušely při dodatečné aplikaci různých lubrikačních prostředků, které by usnadnily snímání vytvořené nanovláknenné vrstvy. Nejvhodnějším přípravkem se ukázal být rostlinný stolní olej, který je běžně dostupný. I přes použití oleje se však tento typ kolektoru ukázal pro další experimenty jako nevhodný z důvodu nesnadného snímání vláken z tvarově komplikovaných pásků.

Aby bylo docíleno požadované vodivosti, která by usnadnila produkci nanovláknenné vrstvy, byla i nadále používána měď. Nejprve měl kolektor podobu „trnové koruny“. Pro usnadnění práce se postupným vývojem přeměnila do podoby souběžných drátů tvořících kolektor. Tato forma kolektoru se ukázala jako nejvhodnější pro další testování s cílem nalézt materiál, ze kterého by bylo možné vzniklý útvar nanovláken snímat. Samotné zkoušené kolektory by se totiž při snaze o sejmutí nanovláknenné vrstvy neobešly bez pomocného podkladového materiálu.

Jako pomocný podkladový materiál byly testovány především snadno dostupné plastové fólie (konkrétně polyethylenové a polypropylenové). Kromě nich byly experimentům podrobeny také různě silné textilní pásy s vrstvou teflonu, které byly zvoleny pro svůj antiadhezivní povrch, nicméně jejich pořízení je mnohonásobně nákladnější.

Vlivem účinku elektrostatického pole se na povrchu fólie vytvářel náboj, který narušoval proces zvlákňování. Proto bylo rozhodnuto použít přípravek, který by snížil povrchovou vodivost používané fólie, tedy použít antistatický přípravek. Používán byl přípravek od společnosti „Pegas Nonwovens s.r.o.“. Ukázal se jako vhodný. Usnadnil jak tvoření souvislé nanovláknenné vrstvy na použité fólii tak i kontinuální snímání z jejího povrchu. Z důvodu toho, že složení použitého antistatického přípravku bylo výrobcem utajeno, byly aplikovány různé čistící přípravky u nichž se zkoušelo, které z

nich by podobně umožňovaly produkci nanovláknenné vrstvy na fólii a následné snímání. Jednalo se např. o Iron, Star, Mr. Proper a přípravek od firmy „Amway“. Vesměs všechny tyto prostředky umožnily jak vytvoření, tak i samotné snímání nanovláknenné vrstvy.

Ze zkoušených fólií se nakonec jako nejvhodnější ukázalo použití polypropylenové fólie s hladkým, nestrukturovaným povrchem o tloušťce 0,055 mm. Daleko podstatnější však byl vliv antistatických přípravků. Většina použitých přípravků, obsahující povrchově aktivní látku, usnadňovala snímání nanovláknenné vrstvy. I v tomto případě šlo o běžně používané látky. Na základě pokusů lze tedy konstatovat, že spíše než druh materiálu, je pro snímání nanovláknenné vrstvy důležitějším faktorem jeho povrch, přesněji řečeno to, jak je hladký, případně to, zda je aplikován pomocný antistatický přípravek. Jediné, na co má druh pomocného podkladového materiálu vliv, je náročnost práce s ním, např. z hlediska manipulovatelnosti, přípravy pásu apod.

Otázkou dalšího výzkumu je, zda nelze nalézt sofistikovanější podobu kolektoru pro umožnění snímání bez použití pomocných podkladových materiálů. Jako vylepšení vodícího kolektoru bylo dále uvažováno o strunách díky jejich podobnosti s používanými prostými měděnými dráty. Jejich otestování však nezapadalo do konceptu této práce a dává tedy prostor k dalším experimentům, například v rámci zpracování diplomové práce. V této fázi totiž bylo cílem především nalézt jinou než plošnou protielektrodu (kolektor) a umožnit při jejím použití následné snímání vláknenné vrstvy, což bylo stěžejním tématem práce.

Má-li být posouzeno dosažení stanoveného cíle, je možné konstatovat, že při použití nejlépe hodnocených materiálů a látek, bylo možné bez problémů odebírat plošnou vrstvu vyprodukovaných nanovláken. Po jejím ručním snímání byla vrstva vhodná k vytvoření lineárního útvaru (příze). To bylo prováděno opět ručně. V rámci této fáze vývoje zkoušeného zařízení tedy bylo usnadněno snímání plošné vrstvy nanovláken. Pokud by mělo být dalším vývojem zařízení docíleno automatického kontinuálního odběru a průběžné tvorby nanovláknenné příze, je nutné testované zařízení doplnit o část, která by takto produkovanou přízi průběžně odebírala.

5 Závěr

Pokud bude chtít Česká republika navázat na dlouholetou tradici textilního průmyslu na našem území, měl by se obor technologií a metod výroby a zpracování nanovláken do budoucna stát významnou součástí našeho hospodářství. Aby mohlo být tohoto dosaženo, je nutné tyto technologie a používaná zařízení neustále vyvíjet a zlepšovat. Jedním z úkolů je nalézt způsob jak kontinuálně produkovat nanovláknennou přízi využitelnou v jiných oblastech lidské činnosti. Dokázat to v laboratorních podmínkách bylo právě cílem této práce.

Z první fáze pokusů vyplynulo, že elektroda v podobě tyčky je vhodnější formou zvlákňovací elektrody nežli rotující váleček. S jeho použitím pak byla hledána vhodná protielektroda-kolektor. Pro následné experimenty byl zvolen kolektor v podobě souběžných měděných drátků. Na nich pak byly testovány pomocné podkladové materiály, z nichž by bylo možné vzniklou nanovláknennou vrstvu snímat. Jako vhodný podkladový materiál se ukázaly být jednak hladké plastové fólie a také pásy potažené vrstvou teflonu, jejichž výhodou byla snadnější manipulace s nimi. Zachycení a následné snímání vyprodukované nanovláknenné vrstvy ještě dále usnadňovala aplikace antistatických přípravků, z nichž nejlepší účinky byly zaznamenány u produktů firmy Pegas a Amway.

Pro splnění zadání této práce bylo navrženo zařízení, které umožnilo kontinuální produkci nanovláknenné vrstvy bez použití plošného kolektoru. V průběhu experimentální části práce bylo zjištěno, že sestrojené zařízení je prostřednictvím elektrostatického zvlákňování schopno vytvořit plošný útvar - nanovláknennou vrstvu.

Cílovým výstupem celé této práce a zejména její praktické části bylo potvrzení možnosti využití navrženého zařízení v praxi. Byl zvolen nejvhodnějších materiál a podmínky pro jeho provoz tak, aby bylo možné tvořit lineární útvar, zatím jen ručně. Do budoucna to tedy dává prostor pro další testování tohoto přístroje. Je nutné ho rozšířit o zařízení, které by proces takové výroby zvládalo bez zásahu obsluhy. Navržení případných vylepšení a rozšíření je úkolem dalšího vývoje mimo rozsah této práce.

Použitá literatura

- [1] Bhargava, S.: Submicron size structures, electrospinning and filters, Dissertation, University of Akron, 2007
- [2] Grafe T., Graham K.: Polymeric Nanofibers and Nanofiber Webs: A New Class of Nonwovens, INTC 2002“ International Nonwovens technical conference, Atlanta, Georgia, September 24-26, 2002
- [3] *Nanovlákn*o, Wikipedia [online]. [cit z 7. 10. 2008]. Dostupné z: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Nanovl%C3%A1kno>
- [4] *Nanotechnologie*, Wikipedia [online]. [cit z 30. 11. 2008]. Dostupné z: <http://cz.wikipedia.org/wiki/nanotechnologie>
- [5] *Nanopeutics* [online]. [cit z 4. 11. 2008]. Dostupné z: <http://translate.google.cz/translate?hl=cs&sl=en&u=http://www.nanopeutics.net/nanospider.html&sa=X&oi=translate&resnum=10&ct=result&prev=/search%3Fq%3Dnanospider%26hl%3Dcs%26lr%3D>
- [6] *Elmarco* [online]. [cit z 28. 10. 2008]. Dostupné z: <http://www.elmarco.com/obsah.php?id=26&s=25>
- [7] *Elmarco* [online]. [cit z 28. 10. 2008]. Dostupné z: <http://www.elmarco.com/obsah.php?id=27&s=25>
- [8] *Elmarco* [online]. [cit z 28. 10. 2008]. Dostupné z: <http://www.elmarco.com/obsah.php?id=28&s=25>
- [9] *Nanotechnologie*, [online]. [cit z 4. 11. 2008]. Dostupné z: <http://nano.tul.cz/nanotechnologie>

- [10] *Electrospinning [online]. [cit z 15. 11. 2008]. Dostupné z:*
<http://www.che.vt.edu/Wilkes/electrospinning/electrospinning.html>
- [11] Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M., Ramakrishna, S.: A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, *Composite Science and Technology*, Volume 63, Issue 15, November 2003, Pages 2223-2253.
- [12] Jirsák, O., Kalinová, K.: *Netkané textilie*, Skriptum TU Liberec 2003, ISBN 80-7083-746-[2]
- [13] Reneker, D. H. - Chun. I.: Nanometre diameter fibres of polymer produced by electrospinning. *Nanotechnology* 7 (1996), p. 216-223
- [14] Růžicková, J.: *Elektrostatické zvlákňování nanovláken*, Skriptum TU Liberec 2006, ISBN 80-7372-066-3
- [15] Rysová, M., *Vlastnosti nanovláknenných vrstev nanesených na lineární útvary [Bakalářská práce]* KNT, TU Liberec 2008
- [16] Smit, E., Buttner, U., Sanderson, R. D.: Continuous yarns from electrospun fibers, *polymer*, Volume 46, Issue 8, 29 March 2005, Pages 2419-2423
- [17] Teo, W.-E., Gopal, R., Ramaseshan, R., Fujihara, K., Ramakrishna, S.: A dynamic liquid support system for continuous electrospun yarn fabrication, *Polymer*, Volume 48, Issue 12, 4 June 2007, Pages 3400-3405
- [18] Vosedálková, K., *Vliv solí na elektrostatické zvlákňování*, [Diplomová práce] KNT, TU Liberec 2006